



M 2020



Tintas em pó de efeito metalizado - estudo do processo de sinterização

CAROLINA CHANTRE TEIXEIRA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA
À FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO EM
ENGENHARIA QUÍMICA

*“Sê todo em cada coisa. Põe quanto és
No mínimo que fazes.”*

Ricardo Reis

Agradecimentos

Primeiramente, gostaria de agradecer a empresa, CIN Industrial Coatings, pela oportunidade e disponibilidade ao longo deste projeto.

Ao engenheiro Mário João, pelo acompanhamento, interesse e empenho que demonstrou pelo trabalho desenvolvido.

À Carla, Sérgio, Sílvio, Isabel e Rui pela animação, ajuda e disponibilidade. À engenheira Fernanda pelo apoio e a preocupação. E em especial, ao Arnaldo por se mostrar sempre disponível em ensinar e cooperar e por tornar o espaço do trabalho num local de companheirismo.

Ao meu pai e à minha mãe, por me ouvirem queixar e questionar, chorar e rir, e principalmente por nunca deixarem de acreditar em mim. Ao meu irmão, pela sensibilidade e carinho. À Margarida pela extrema paciência e ajuda.

Aos meus amigos, André, Beatriz, Guilherme, e Mariana, pela partilha de conhecimento, por me acalmarem e acreditarem em mim. Em especial à Rafaela, pela partilha da experiência, carinho e companheirismo ao longo de toda esta etapa.

Por último, mas sem dúvida não com menos relevância, ao Professor Adélio Mendes¹ por me orientar o caminho ao longo deste trabalho; por proporcionar o meu crescimento e a vontade de me querer superar e, especialmente, pela fé, preocupação e empenho que demonstrou por mim e pelo trabalho desenvolvido.

¹ O Professor Adélio Mendes, orientador académico desta dissertação, é membro integrado do LEPABE - Laboratório de Engenharia de Processos, Ambiente Biotecnologia e Energia, financiado por: Unidade de Investigação UID/EQU/00511/2019 - Laboratório de Engenharia de Processos, Ambiente, Biotecnologia e Energia - LEPABE - financiado por fundos nacionais através da FCT/MCTES (PIDDAC).

Resumo

O processo de sinterização (bonding) é utilizado para a produção de tintas em pó de efeito metalizado, com uma qualidade acrescida. Em relação aos métodos convencionais, esta tecnologia apresenta a vantagem de permitir a reciclabilidade do produto e a desvantagem de produzir um produto com um menor tempo de vida. Para conferir o efeito metalizado nos revestimentos de tinta em pó são utilizadas partículas funcionais. Os pigmentos de alumínio são dos mais usados para conferir um efeito metalizado. O problema do uso destas partículas reside na sua baixa resistência química. O crescente mercado das tintas em pó metalizadas, ambiciona um produto mais económico e com uma maior durabilidade no exterior.

O trabalho realizado teve dois objetivos principais: a) melhorar a resistência química dos produtos, nomeadamente os revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio; b) diminuir a perda do efeito metalizado na fração reciclada do produto. Pretendia otimizar-se os dois fatores sem comprometer o aspeto visual do revestimento de tinta em pó metalizado.

Foram realizadas várias experiências laboratoriais em que se fez variar as condições processuais para o método de sinterização. Relativamente aos revestimentos de tinta em pó com micas, executaram-se 4 experiências laboratoriais de sinterização. Para revestimentos de tinta em pó com alumínios, realizaram-se 19 ensaios laboratoriais de sinterização. Para ambos os casos, estudou-se em maior detalhe a influência da alteração das seguintes variáveis: velocidade do rotor da unidade de sinterização; temperatura e duração do ciclo de sinterização.

Para a maioria dos produtos analisados verificou-se que: i) uma maior duração do ciclo de sinterização se traduzia numa menor perda do efeito metalizado na fração reciclada; ii) uma menor velocidade do rotor da unidade de sinterização originava um produto com uma maior resistência química. Foi possível concluir ainda que o tamanho da partícula funcional é determinante na eficiência do processo de sinterização.

Palavras Chave (Tema): tintas em pó de efeito; processo de sinterização; alumínios; otimização.

Abstract

The bonding process is applied to produce metallic effect powder paints, with improved quality. When compared with conventional methods, this technology presents the advantage of allowing product recyclability and the disadvantage of diminishing the product shelf life. To confer the metallic effect onto the powder coatings, functional particles are used. Aluminium particles are the most commonly used, with the hurdle of low chemical resistance. The growing market of metallic powder coatings aims a more affordable product with increasing exterior durability.

The present work had two main goals: a) improve the chemical resistance of the products, namely the powder coatings with aluminium pigments; b) decrease the metallic effect loss on the recycled fraction of product. It was intended to optimize the two factors without compromising the visual aspect of the metallic powder coating.

Several laboratory experiments were performed in which the procedural conditions for the bonding process were varied. For the mica powder coatings, 4 bonding experiences were carried out. Regarding the aluminium powder coatings, 19 bonding laboratory tests were held. For both cases, it was studied in greater detail the influence of the following variables: rotor velocity of the bonding unit; the temperature and duration of the bonding cycle.

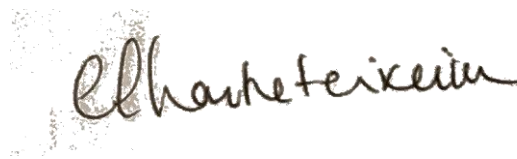
For most of the analyzed products, it was confirmed that: i) a longer duration of the bonding cycle resulted in a lower loss of the metallic effect on the recycled fraction; ii) a minor rotor velocity of the bonding unit led to a product with increased chemical resistance. It was also possible to assess that the size of the functional particle is decisive in the efficiency of the bonding process.

Keywords (Theme): powder coatings; bonding process; aluminiums; optimization.

Declaração

Declara, sob compromisso de honra, que este trabalho é original e que todas as contribuições não originais foram devidamente referenciadas com identificação da fonte.

Porto, 10 de fevereiro de 2020



(Carolina Chantre Teixeira)

Índice

1. Introdução	1
1.1. Enquadramento e Apresentação do Projeto	1
1.2. Apresentação da Empresa	2
1.3. Contributos do(a) autor(a) para o Trabalho	3
1.4. Organização da Tese	3
2. Contexto	5
2.1. Revestimentos de tinta em pó com efeito metalizado	6
2.1.1. Partículas funcionais	6
1. Micas	6
2. Alumínios	7
2.2. Revestimentos de tinta em pó com outras partículas	9
2.2.1. Grafeno	9
2.3. Processo de sinterização	10
2.4. Pulverização electrostática	14
2.5. Processo de Cura	15
2.6. Processo de reciclagem	16
3. Materiais e Métodos	18
3.1. Produção de tinta em pó metalizada	18
3.1.1. Revestimentos em pó de efeito metalizado com micas	19
3.1.2. Revestimentos em pó de efeito metalizado com pigmentos de alumínio	20
3.2. Produção de tinta em pó com grafeno	22
3.3. Métodos de caracterização/ avaliação	23
3.2.1. Teste de resistência física: Martindale	23
3.2.2. Teste de resistência química: NaOH	24
3.2.3. Resistência à agulha carregada	24
3.2.4. Certificação Qualicoat	25
3.2.5. Microscopia Eletrónica	28
4. Resultados e Discussão	29
4.1. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com micas de efeito metalizado	29
4.2. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com partículas de alumínio com efeito metalizado	31
4.2.1. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 34 µm	31

4.2.2. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 54 μm	37
4.2.3. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 10 μm	37
4.3. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno	43
5. Conclusão	44
6. Avaliação do trabalho realizado	46
6.1. Objetivos Realizados	46
6.2. Outros Trabalhos Realizados	46
6.3. Apreciação Final	46
7. Referências	47
Apêndice 1 - Ensaio de sinterização para a produção dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com alumínios	50
Apêndice 2 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com micas	52
Apêndice 3 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de alumínios de 34 μm :	55
Apêndice 4 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de alumínios de 54 μm :	58
Apêndice 5 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de Alumínios de 10 μm :	60
Apêndice 6 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno	61
Apêndice 7 - Análise de microscopia eletrónica realizada no CEMUP	62
Apêndice 8 - Espectros da análise elementar realizada para ensaios de sinterização com pigmentos de alumínio 34 μm	68
Apêndice 9 - Imagens retiradas pelo microscópio eletrônico Phenom XL	70
Apêndice 10 - Análise elementar realizada para ensaios de sinterização com pigmentos de alumínio 10 μm	74
Apêndice 11 - Imagens retiradas pelo microscópio eletrônico Phenom XL para os revestimentos de tinta em pó com micas	75
Apêndice 12 - Análise do tamanho de partículas da base do revestimento de tinta em pó	78

Lista de Figuras

<i>Figura 1 - Ilustração dos efeitos metalizados produzidos pelas diferentes orientações dos pigmentos de alumínio (adpatdo de [23])</i>	8
<i>Figura 2 - Estruturas dos alótropos de carbono (adpatdo de [31])</i>	10
<i>Figura 3 - Processo de sinterização a) Ilustração do diagrama processual; b) Imagem do sistema do equipamento de bonding.</i>	11
<i>Figura 4 - Exemplo de uma folha da aplicação informática utilizada para num ensaio de sinterização (condições padrão).</i>	12
<i>Figura 5 - Ilustração do ciclo de sinterização (adaptado de [34])</i>	13
<i>Figura 6 - Ilustração de uma pistola corona de aplicação eletrostática.</i>	15
<i>Figura 7 - Ilustração do equipamento ciclone (adapatdo de [41]).</i>	17
<i>Figura 8 - Equipamento utilizado para teste MartinDale.</i>	24
<i>Figura 9 - Ensaio de resistência à argamassa a) câmara de humidade utilizada para realização do teste; b) exemplo de resultados para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado.</i>	25
<i>Figura 10 - Imagens dos painéis utilizados para teste Flórida.</i>	27
<i>Figura 11- Produto resultante dos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) aumento do ciclo de sinterização.</i>	30
<i>Figura 12- Pigmentos de Alumínio com uma dimensão média de 34 μm.</i>	34
<i>Figura 13 - Ensaio sinterização a) condições padrão; b) aumento ciclo sinterização.</i>	35
<i>Figura 14 -Espetros obtido, a 15 kV, para pigmentos de alumínio nos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) redução da velocidade de agitação.</i>	36
<i>Figura 15 - Espetros obtido, a 5 kV, para pigmentos de alumínio nos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) redução da velocidade de agitação.</i>	36
<i>Figura 16 - Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm obtido industrialmente pelo método de sinterização.</i>	40
<i>Figura 17 - Ensaio de sinterização com alumínios de 10 μm a) condições padrão; b) aumento da duração do ciclo de sinterização.</i>	41
<i>Figura 18 - Base do revestimento de tinta em pó a) sem tratamento; b) ensaio de sinterização.</i>	42
<i>Figura 19 - Diagrama ilustrativo da otimização do processo de sinterização para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado.</i>	45

Lista de Tabelas

<i>Tabela 1 - Descrição da composição do revestimento de tinta em pó metalizado com micas.</i>	19
<i>Tabela 2 - Condições processuais para os ensaios de sinterização realizados laboratorialmente para revestimentos de tinta em pó metalizados com micas.</i>	20
<i>Tabela 3 - Constituintes do revestimento de tinta em pó metalizado com pigmentos de alumínio obtidos para os 5 ensaios laboratoriais.</i>	21
<i>Tabela 4 - Descrição da constituição da tinta em pó com grafeno.</i>	22
<i>Tabela 5 - Descrição dos parâmetros de sinterização para os revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno.</i>	23
<i>Tabela 6 - Condições do ensaio nevoeiro salino.</i>	26
<i>Tabela 7 - Condições operatórias da câmara de humidade.</i>	26
<i>Tabela 8 - Condições utilizadas no teste QUV-B- GSB.</i>	27
<i>Tabela 9 - Resultados do ensaio de resistência à argamassa</i>	29
<i>Tabela 10 - Resultados dos testes de resistência química, segundo norma NP EN ISO 4628</i>	32
<i>Tabela 11 - Avaliação da fração reciclada dos revestimentos de tinta em pó segundo a norma NP EN ISO 4628</i>	33
<i>Tabela 12 - Avaliação da resistência química dos revestimentos de tinta em pó</i>	38
<i>Tabela 13 - Avaliação da fração reciclada dos revestimentos de tinta em pó</i>	38

Notação e Glossário

T_g Temperatura de transição vítrea °C

Letras gregas

μ micro

Índices

* Ensaio de sinterização segundo condições padrão

Lista de Siglas

CIN Corporação Industrial do Norte

CEMUP Centro de Materiais da Universidade do Porto

DSC Calorímetro Diferencial de Varredura

NP Norma Portuguesa

ISO International Organization for Standardization

SEM Scanning Electron Microscope

1. Introdução

1.1. Enquadramento e Apresentação do Projeto

No início da década de 50 do século passado o cientista alemão, Erwin Gemmer, desenvolveu um novo revestimento baseado na aplicação PVC em pó, num substrato metálico. Dadas as vantagens observadas para este revestimento, este desenvolveu-se originando o que hoje em dia designamos de tintas em pó. Estas são constituídas por materiais sólidos e aplicadas electrostaticamente num substrato metálico com a subsequente cura sob calor. São usadas em diversos setores tais como indústria de arquitetura, embalagens metálicas e cosméticos, sistemas elétricos entre outros. [1][2]

As tintas em pó podem ser de dois tipos: termoplásticas e termoendurecíveis. As primeiras baseadas em polímeros termoplásticos, conhecidas pela sua elevada resistência química e resistência a abrasão, e as termoendurecíveis pela sua elevada dureza, rigidez e resistência às altas temperaturas. A maior distinção entre estas prende-se como o processo de cura. O processo de cura das tintas termoplásticas passa pelo aquecimento até à temperatura de fusão da fase polimérica, de forma a criar um filme homogéneo. Dado a fase polimérica ser constituída por polímero(s) termoplásticos, este filme pode ser fundido de novo de forma a, por exemplo, reparar defeitos de superfície. As tintas formuladas com polímeros termoendurecíveis produzem um filme que, após fusão, reticula formando um revestimento com elevada resistência mecânica e, durabilidade. Para o caso em estudo são utilizados unicamente termoendurecíveis. [3][4]

Contrariamente às tintas líquidas, as tintas em pó não utilizam solventes líquidos, pelo que não se libertam compostos orgânicos voláteis para a atmosfera. Estas são também isentas de HAP's, hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, usados correntemente na formulação de tintas líquidas. As tintas em pó apresentam uma maior facilidade no manuseamento, sobretudo durante a sua aplicação, e a vantagem de o material aplicado em excesso ser reciclável. [1][5]

Tal como as tintas líquidas, o revestimento de tinta em pó é constituído por quatro componentes principais: **a resina/ou ligante** componente em maior quantidade, responsável pela coesão da tinta e formação de uma camada protetora; **os pigmentos**, normalmente usados em pequenas quantidades, que proporciona cor e opacidade à tinta; **as cargas**, correntemente substâncias de baixo custo, responsáveis por alterar

propriedades mecânicas, podendo contribuir ou não, para a cor; **os aditivos** são substâncias usadas em concentrações baixas para conferir, ou alterar propriedades tais como, viscosidade, resistência à abrasão, anti-corrosivas e, conseqüente aumento da estabilidade do revestimento de tinta em pó. [6]

O efeito metalizado no revestimento de tinta em pó é obtido pela incorporação de partículas com aparência metálica na formulação - partículas funcionais. Pigmentos metálicos, como alumínio, ligas de zinco e cobre, e não metálicos, como as micas e flocos de vidro, são os mais utilizados. Os revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado encontram o seu mercado mais importante na arquitetura, para o caso de pigmentos de alumínio, e de cosmética, para o caso das micas. [7]

Para obtenção do efeito metalizado, as partículas funcionais têm de permanecer na superfície do filme de tinta em pó, não podendo ser recobertas pelo polímero da tinta. O processo de sinterização foi desenvolvido para criar uma qualidade superior de produtos metalizados no qual se distingue, a maior e melhor incorporação das partículas com efeito, no revestimento de tinta em pó. Esta tecnologia baseia-se em fenômenos termomecânicos na qual, com o aquecimento da mistura até a temperatura de transição vítrea da base do revestimento de tinta em pó, se dá a incorporação das partículas de efeito metalizado na superfície das partículas poliméricas. Este método proporciona vantagens a nível visual, como efeitos mais intensos e uniformes. O processo de sinterização apresenta ainda a grande vantagem de permitir a recuperação de grande parte da tinta em pó, com uma qualidade equivalente. Por sua vez, a tecnologia possui um problema na produção de revestimentos de tinta em pó com partículas de alumínio, quando comparada com os métodos alternativos, visto potenciar um produto com uma baixa durabilidade no exterior. O projeto tem como objetivo alcançar o melhor equilíbrio entre a durabilidade do produto no exterior, e a incorporação das partículas funcionais na matriz polimérica, sem condicionar o efeito metalizado do produto.[8][9]

1.2. Apresentação da Empresa

A CIN Industrial Coatings, foi fundada em 2007 pelo Grupo CIN com o intuito de otimizar o mercado da tinta industrial. A CIN Industrial Coatings providencia uma vasta gama de produtos que inclui tintas em pó, tintas líquidas de base aquosa e solvente, e produtos de cura UV. A unidade fabril, Megadur, é a responsável pela produção de tinta em pó a nível nacional. Uma das maiores aplicações das tintas em pó reside no mercado de arquitetura, divergindo em diferentes utilidades, tais como, caixilharia de alumínio, acessórios para janelas e portas, estruturas metálicas, entre outras. Para além deste setor, o revestimento de tinta em pó é aplicado em embalagens metálicas, sistemas

elétricos e de comunicação, transportes, mobiliário e sistemas de armazenamento, aplicadores industriais e indústria diversa. O grupo CIN adquiriu empresas internacionais sediadas em França, Celliose Coatings e Monopol SAS, com o intuito de aumentar a sua estrutura e proporcionar variadas soluções para os clientes, independentemente da sua geografia. [10][11]

A CIN - Corporação Industrial do Norte, S.A. em 2017 completou 100 anos de mercado, pelo que em 1992 se tornou líder nacional no mercado das tintas e vernizes e, posteriormente em 1995, do mercado ibérico, em consequência da compra da marca espanhola Valentine. [12]

A Megadur em 2012 aumentou a sua capacidade industrial, e no ano de 2018 a sua produção anual atingiu um valor de aproximadamente **8000 toneladas**.

1.3. Contributos do(a) autor(a) para o Trabalho

Este projeto visa a otimização do método produtivo para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado. Para o desenvolvimento do trabalho recorreu-se à microscopia eletrónica de varrimento com o objetivo de analisar a morfologia das partículas, e demonstrar as hipóteses levantadas para os resultados obtidos. A autora realizou uma formação em microscopia eletrónica de varrimento, e executou todas as análises apresentadas neste trabalho, excetuando a análise de microscopia eletrónica realizada no CEMUP.

1.4. Organização da Tese

A dissertação divide-se em sete capítulos:

Capítulo 1 - é feito o enquadramento da dissertação e explicados os objetivos principais e metodologia adotada. A dissertação decorreu em ambiente empresarial e, desta forma, é também apresentada a empresa de acolhimento, CIN Industrial Coatings.

Capítulo 2 - primeiramente é apresentada uma contextualização do tema da dissertação. Seguidamente são abordados todos os fundamentos teóricos necessários para a realização, e compreensão, do projeto.

Capítulo 3 - é feita a apresentação dos materiais e formulações utilizados. Em seguida, é realizada uma descrição das condições processuais de sinterização utilizadas para a produção dos revestimentos de tinta em pó metalizados. Por fim, são enumerados todos os métodos de caracterização utilizados no trabalho.

Capítulo 4 - é realizada a exposição dos resultados obtidos pelos métodos de caracterização utilizados, para os revestimentos de tinta em pó com micas e com

alumínios. Para os revestimentos de tinta em pó com alumínios é feita uma análise, e discussão, dos resultados obtidos mais detalhada do que para os produtos com micas.

Capítulo 5 - é feito o desfecho do trabalho realizado, apresentando-se as sugestões de conclusões para alguns resultados obtidos.

Capítulo 6 - primeiramente são referidos os objetivos introduzidos no trabalho, que foram cumpridos. Seguidamente, é feita a apreciação final do projeto realizado.

Capítulo 7 - é feita a enumeração das referências bibliográficas utilizadas na dissertação.

Em apêndice são enunciados conteúdos complementares ao estudo do projeto. São exemplo: a descrição das condições processuais utilizadas nos ensaios laboratoriais de sinterização; caracterização de revestimentos de tinta em pó obtidos nos ensaios laboratoriais, e a análise de microscopia eletrônica realizada para produtos metalizados obtidos laboratorialmente pelo método de sinterização, e para produtos metalizados de alumínios obtidos industrialmente, e por outras empresas, pelo método de sinterização.

2. Contexto

Em resposta à procura crescente de tintas em pó metalizadas, a CIN Industrial Coatings, tem um programa ambicioso para a sua produção e melhoramento, nomeadamente no aumento da durabilidade no exterior e otimização de custos. As tintas em pó de efeito metalizado são normalmente produzidas pelo método de sinterização. O processo de sinterização surgiu no século XX, com o objetivo de proporcionar a adesão das partículas funcionais à matriz polimérica da tinta e, conseqüentemente ultrapassar a perda do efeito metalizado na fração de tinta em pó reciclada. Esta tecnologia envolve a fusão mecânica das partículas em pó, na qual se dá a agregação dos pigmentos metalizados à superfície das partículas da tinta em pó. Os pigmentos metálicos apresentam diferentes orientações na superfície do filme de tinta, o que se traduz em efeitos visuais com um bom acabamento metálico brilhante. Os pigmentos de alumínio são dos mais procurados para a produção de revestimentos de tinta em pó funcionalizada, visto proporcionarem diferentes efeitos visuais. O grande desafio no uso de pigmentos de alumínio nos revestimentos de tinta em pó é a baixa resistência química do material, o que se traduz num produto de baixa durabilidade. Foram desenvolvidos pigmentos de alumínio pré-revestidos com materiais, tais como polímeros, que aumentam a resistência química do revestimento. Muitos destes pigmentos são utilizados no fabrico de produtos metalizados pela técnica de sinterização (bonding). Os revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio destinados a aplicações arquiteturas, seguem um conjunto exigente de diretivas que visam garantir a durabilidade e qualidade dos produtos no exterior - *certificação Qualicoat e GSB*. Do conjunto de testes da norma *Qualicoat* destaca-se o teste de resistência à argamassa. O teste consiste em submeter a superfície do revestimento de tinta em pó ao contacto com uma argamassa alcalina durante 24 h. Devido à baixa resistência química dos aluminios ao contacto com superfícies alcalinas, este torna-se num requisito difícil de atingir. Daqui resulta o estudo e otimização das variáveis processuais do método de sinterização e, conseqüente análise do comportamento das partículas de efeito metalizado. Este trabalho pretende assim responder ao desafio de encontrar o melhor equilíbrio entre a incorporação das partículas de efeito no revestimento de tinta em pó e, a durabilidade do produto no exterior, sem comprometer o aspeto visual do mesmo. [9][13]

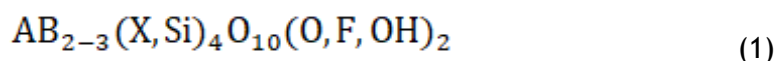
2.1. Revestimentos de tinta em pó com efeito metalizado

2.1.1. Partículas funcionais

As partículas funcionais, também denominadas de partículas de efeito metalizado, são pigmentos metálicos ou não-metálicos. Estas são conhecidas por proporcionarem diferentes efeitos óticos no revestimento de tinta em pó. Os efeitos óticos são uma consequência da reflexão da luz das partículas funcionais no revestimento de tinta em pó. Estes variam mediante as propriedades das partículas funcionais, tais como: a sua morfologia; a sua dimensão; a sua dispersão no filme de tinta, e a sua orientação final no revestimento de tinta em pó. Para que o efeito metalizado seja o correto, é essencial que as partículas funcionais estejam alinhadas paralelamente à superfície do filme de tinta em pó. Orientações incorretas das partículas funcionais provoca uma reflexão difusa (ou refração) da luz no revestimento de tinta em pó pelo que, o efeito ótico desaparecerá.[14] De seguida encontram-se apresentadas as duas partículas funcionais utilizadas no trabalho.

1. Micas

A mica, conhecida desde o tempo pré-histórico por *micare*, palavra proveniente do latim associada ao efeito de brilho quando exposta à luz, é um mineral do grupo do filossilicatos. Os filossilicatos são silicatos que apresentam uma estrutura folheada de Si_2O_5 . As micas apresentam uma combinação única de propriedades físicas e químicas e, possuem um sistema cristalino monoclinico. [15] A sua elevada resistência química e térmica, a sua baixa dureza, a incapacidade de conduzir eletricidade, e a sua clivagem quase perfeita, são as características pelas quais este mineral se distingue e é requerido. A fórmula química geral da Mica está representada na equação 1:



onde o **A** representa correntemente iões de potássio, e menos frequentemente, sódio, cálcio, bário, cézio ou amónio; **B** pode representar os iões de alumínio, lítio, ferro, zinco, cromo, vanádio, titânio, manganês e / ou magnésio e **X** representa comumente iões de alumínio, e menos frequentemente, iões de ferro, boro ou berílio. A fração presente do ião ferro determina a cor do mineral, mica. [16][17]

Existem 37 diferentes minerais de micas dos quais, a moscovite possui o maior valor comercial e é correntemente utilizada como pigmento. Menos frequentemente, são usadas no mercado das tintas as seguintes micas: caulinos - silicatos de alumínio; talcos - silicatos de magnésio hidratados, e sílicas. Nas tintas em pó as micas são correntemente

usadas como partículas funcionais para conferir efeitos metalizados. Podem ainda ser usadas como cargas. Os pigmentos de efeito metalizado incorporando micas foram pela primeira vez sintetizados em 1942. Para conferir o efeito metalizado as micas transparentes são revestidas, em toda a sua superfície, com uma camada fina de óxidos de metal. O dióxido de titânio é o mais utilizado para o efeito (normalmente com uma camada de espessura de 50-300 nm). A presença da camada superficial de óxido de metal nas micas, proporciona a reflexão da luz e por sua vez, a cor do pigmento. A espessura desta camada é determinante para a cor obtida do mineral. [17][18]

Devido às características explícitas em cima, as micas são aplicadas em distintos mercados das tintas em pó. No mercado automóvel são aplicadas em peças interiores, ou exteriores, com o intuito de redução das vibrações. No mercado de decorativos, visto possibilitarem uma vasta gama de diferentes efeitos brilhantes, são aplicadas em caixas de perfumes, maquilhagem, entre outras. [19]

2. Alumínios

O Alumínio, elemento químico com número atômico 13, é o metal mais abundante na crosta terrestre. Como material quimicamente reativo não existe na natureza como metal único, mas sim agregado com 270 minerais diferentes. O alumínio metálico foi descoberto em 1825 pelo químico dinamarquês Hans Oersted fazendo reagir cloreto de alumínio com potássio. Posteriormente, em 1856 começou a ser industrializado pelo químico francês Henri Etienne Sainte-Claire Deville. Em meados do século XX, o alumínio começou a ser comercializado para utilidades domésticas e amplamente usado no mercado de engenharia civil, o que por sua vez o tornou num material fundamental no quotidiano. A procura e a produção do alumínio foi crescendo, e em 1978 este entrou para *London Metal Exchange*, pelo que a sua produção anual ultrapassou as 50 Mton em 2013. [20][21]

O alumínio é um material leve, densidade por volta das 3 g/cm³, dúctil, não tóxico e possui uma alta condutividade térmica e elétrica. Estas características e uma resistência a altas temperaturas, fácil manuseamento, e possibilidade de ser 100% reciclado, torna-o num material muito procurado pelo mercado das tintas, nomeadamente nas tintas em pó para conferir efeitos metalizados. [18]

Para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado, o alumínio é utilizado como partícula funcional. Para a criação de diferentes efeitos metálicos nos revestimentos de tinta em pó, os pigmentos de alumínio sofrem um pré-tratamento químico no qual, são revestidos com ácido oleico, ou com ácido esteárico. Para pigmentos de alumínio revestidos com uma película fina de ácido esteárico, a tensão

superficial na superfície das partículas torna-se bastante elevada. Em consequência das altas forças de tensão aplicadas, os flocos de alumínio permanecem na camada superficial do revestimento da tinta em pó, dando origem ao efeito denominado de “*leafing*”. Este efeito é característico por proporcionar produtos metalizados com alta opacidade e refletividade. Mediante o tamanho da partícula funcional estes podem ser: brilhantes, refletores ou cromados. Em resultado da distribuição maioritária dos pigmentos de alumínio na camada superficial do filme de tinta, as partículas não ficam sujeitas à camada protetora do revestimento de tinta em pó - resina. Este tipo de revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio “*leafing*” é característico por possuir uma baixa resistência à abrasão. [22]

Para o caso de o pré-revestimento dos pigmentos de alumínio ser constituído por ácido oleico, estes distribuem-se ao longo da camada de tinta em pó, dando origem ao efeito denominado como “*non-leafing*”. Esta distribuição dos pigmentos de alumínio permite que estes fiquem sujeitos à camada protetora do revestimento de tinta em pó, resina, o que se traduz num produto mais resistente. O uso destes pigmentos no revestimento de tinta em pó resulta num efeito visual brilhante estrelado, ou num brilho transparente. [20] Apresenta-se na Figura 1 uma ilustração dos efeitos produzidos pelas diferentes orientações dos pigmentos de alumínio. [23]



Fig 1. Ilustração dos efeitos metalizados produzidos pelas diferentes orientações dos pigmentos de alumínio (adaptado de [23]).

Um dos problemas do uso de pigmentos de alumínio nas tintas em pó é a baixa resistência química do material. Uma tecnologia utilizada para a melhoria da resistência química do revestimento de tinta em pó, é a adição de um pré-revestimento na superfície dos pigmentos de alumínio. Um dos materiais usados correntemente para o pré-revestimento dos pigmentos de alumínio é a sílica. Para aplicações arquiteturais de revestimentos de tinta em pó metalizados são utilizados unicamente este tipo de pigmentos de alumínio. A eficiência do pré-revestimento de sílica depende de dois fatores: da morfologia da sílica, e de o grau de cobertura do material no pigmento de

alumínio. Outros exemplos de pré-revestimentos utilizados em pigmentos de alumínio, para tintas em pó, são: silanos; compostos organofosforados, e dióxido de silício. [24]

2.2. Revestimentos de tinta em pó com outras partículas

Para o fabrico de tintas em pó é realizada uma pré-mistura dos materiais e seguidamente é feita a sua alimentação à extrusora. O processo de sinterização é utilizado unicamente para a produção de revestimentos de tinta em pó com efeito metalizado. Visto o método de sinterização apresentar várias vantagens, quando comparado com os alternativos, estudou-se a viabilidade da hipótese da produção de revestimentos de tinta em pó com outras partículas, pelo método de sinterização. Estudou-se a incorporação de partículas de grafeno nos revestimentos de tinta em pó, com o intuito de obter um produto mais resistente e com uma maior condutividade elétrica.

2.2.1. Grafeno

O grafeno, conhecido como um material revolucionário, foi descoberto em 2004 por dois professores da universidade de Manchester, Professor Andre Geim e Professor Kostya Novoselov, quando com uma fita isolante removeram um fino floco de grafeno, com uma espessura de um átomo, de um bloco de grafite.[25]

O grafeno, uma das formas cristalinas do carbono, é um **milhão de vezes mais fino** que o papel, **mais forte** que o diamante, e **mais condutor** do que o cobre. É extremamente leve, normalmente transparente, e flexível. Devido às distintas propriedades que possui, o grafeno é aplicado em amplos setores tais como, biomédica, biomateriais, nanoeletrónica e nanocompósitos, energias renováveis, entre outros. O grafeno pode ser sintetizado por diferentes técnicas tais como: exfoliação de grafite, que é amplamente utilizada devido ao seu baixo custo; deposição química em fase de vapor; epitaxia por feixe molecular; sublimação de carbeto de silício, entre outras. Devido a possibilidade da produção de grafeno com um baixo custo são produzidos e comercializados, materiais compósitos com grafeno em larga escala.[26][27]

O carbono, número atómico 6, é o sexto elemento químico mais abundante na natureza. O carbono origina vários tipos de alótropos - quando o mesmo elemento químico forma duas ou mais substâncias químicas. Os alótropos de carbono mais conhecidos são o **diamante** e a **grafite**. Na figura 2 encontram-se ilustrados os alótropos do carbono. A grafite é um alótropo tridimensional com uma estrutura folheada em que, cada átomo de carbono se liga covalentemente a três outros átomos de carbono e forma

uma rede hexagonal. A grafite é um bom condutor elétrico, facilmente desgastável, pouco duro, e possui uma densidade entre $2,09 - 2,23 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. O diamante, material mais duro de origem natural, correntemente cristaliza numa estrutura cúbica. Este alótropo de carbono forma um sistema tridimensional tetraédrico no qual, um átomo de carbono se liga a outros 4 átomos de carbono por ligações covalentes. [28][29] O diamante possui uma densidade entre $3,5$ e $3,53 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Em 2018, o mercado mundial de diamante foi avaliado em **87,31 mil milhões de dólares**. [30][31]

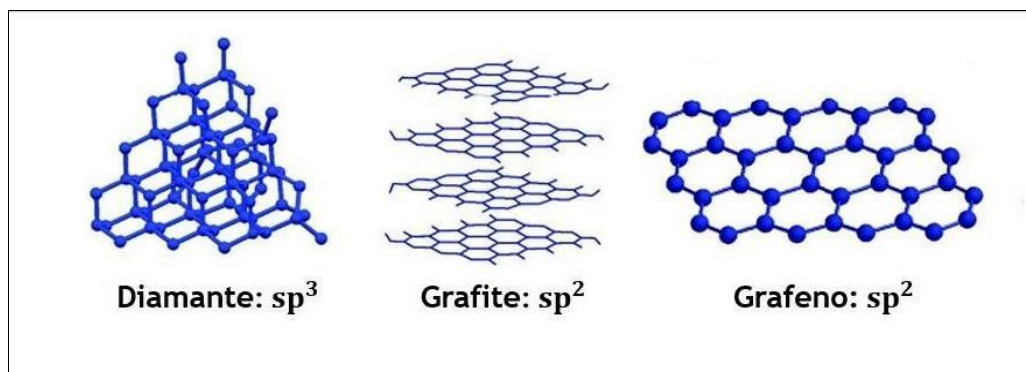


Fig 2. Estruturas dos alótropos de carbono (adaptado de [31])

2.3. Processo de sinterização

O método de sinterização (*bonding*) foi desenvolvido pela Wolstenholme Bronze Powders Ltd em meados do século XX, para o fabrico de revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado, com uma qualidade acrescida. A tecnologia baseia-se na incorporação das partículas funcionais na superfície das partículas poliméricas do revestimento de tinta em pó, quando atingida a temperatura de transição vítrea da base do revestimento de tinta em pó. O método de sinterização destaca-se dos métodos processuais alternativos por proporcionar produtos com efeitos metalizados mais intensos e duradouros. [9]

O equipamento utilizado para o processo de sinterização possui um tanque de mistura com 4 zonas de refrigeração: eixo de acionamento; ferramenta de mistura; camisa dupla e superfície inferior. É ainda composto por um cilindro superior, onde é alimentada a partícula funcional, e um tubo de saída, onde é extraído o revestimento de tinta em pó. O aquecimento do equipamento é exclusivamente provocado pelo aumento da velocidade de rotação no tanque de sinterização, não existindo qualquer fonte externa de aquecimento. Visto algumas partículas metálicas, como os pigmentos de alumínio, serem classificadas como poeiras combustíveis segundo a norma CEI 60079-0, existe uma corrente de entrada de azoto no tanque do equipamento. Esta é feita para o controlo adequado do nível de oxigénio, abaixo de 5 %, de modo a manter uma

atmosfera inerte, impedindo a combustão do material. Todos os componentes do equipamento que se encontram em contacto com o material são de aço inoxidável. Na Figura 3 apresenta-se uma imagem do equipamento de sinterização utilizado, tal como um diagrama processual.[32][33]

Na produção de tinta em pó de efeito metalizado foi usado um equipamento de sinterização de partículas funcionais (bonding), que tem associado uma aplicação informática responsável pelo controlo das variáveis e operações processuais. Esta aplicação permite inserir o valor das seguintes variáveis processuais: temperatura de abertura; velocidade do rotor da unidade de sinterização; duração do ciclo de sinterização, e momento da alimentação da partícula metalizada (no início da mistura ou no final da mesma). A temperatura estabelecida no aplicativo informático para o momento da alimentação da partícula é denominada como “temperatura de abertura”. Esta temperatura tem como referencial a temperatura de transição vítrea medida para a base do revestimento de tinta em pó. A temperatura de transição vítrea da base do revestimento de tinta em pó é medida num equipamento DSC, calorímetro diferencial de varredura. Antes de dar início ao processo, é feita a alimentação da base do revestimento de tinta em pó - conjunto dos componentes extrudidos: resina, carga, aditivos e pigmentos, no tanque do equipamento. As partículas de efeito metalizado são alimentadas no compartimento superior. São ainda inseridas no programa informático as condições processuais do ensaio de sinterização a realizar (exemplo de uma folha do aplicativo informático na Figura 4).

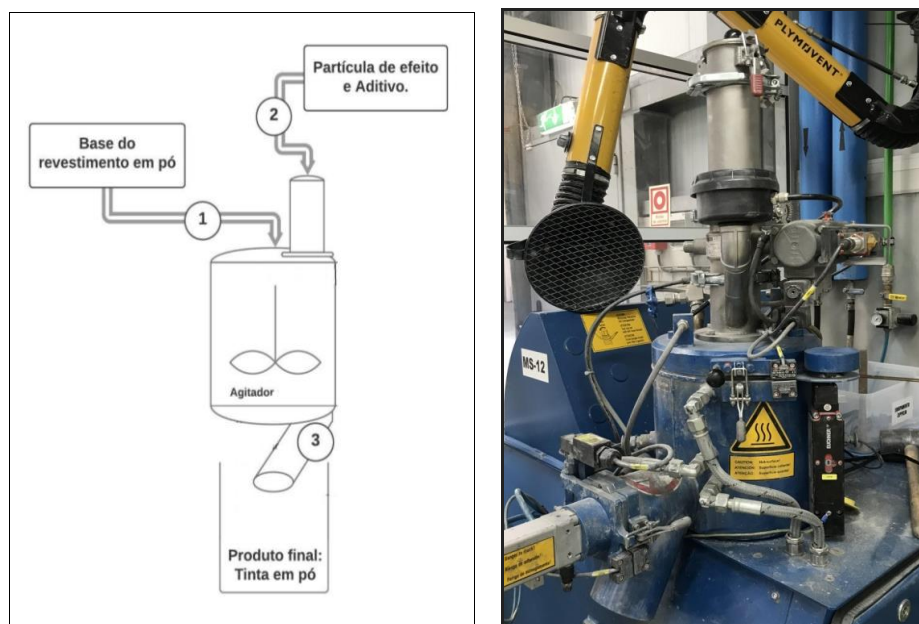


Fig 3. Processo de sinterização a) Ilustração do diagrama processual; b) Imagem do sistema do equipamento de bonding.

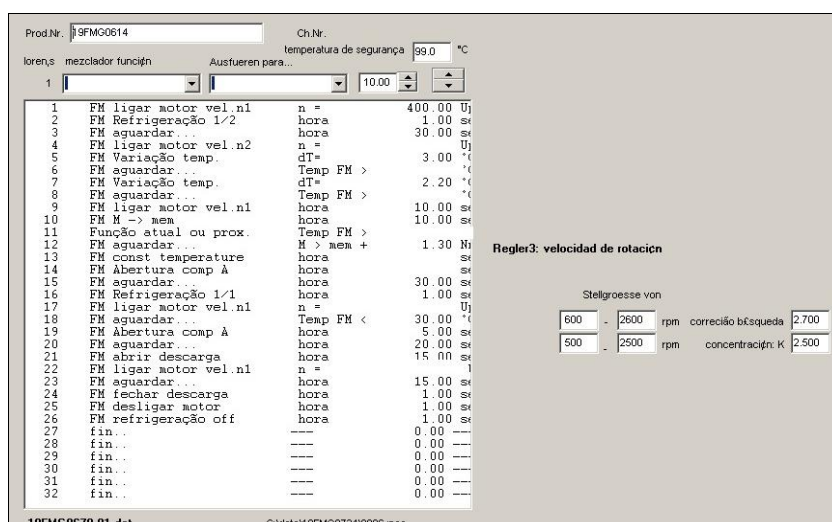


Fig 4. Exemplo de uma folha da aplicação informática utilizada para num ensaio de sinterização (condições padrão).

O processo é iniciado com o aumento gradual da velocidade do rotor do tanque de sinterização e conseqüente, aumento da temperatura. Procede-se o aumento da velocidade do rotor que por conseqüente, aumenta a temperatura da mistura até que se atinja a zona da temperatura de transição vítrea da base do revestimento de tinta em pó. No momento em que a temperatura de operação iguala a temperatura de abertura, estabelecida no programa informático, é aberto o compartimento superior. Aqui, as partículas de efeito metalizado são alimentadas ao tanque de mistura para que se inicie o ciclo de sinterização. Em alternativa, a alimentação das partículas funcionais pode ser antecipada, antes da zona da temperatura de transição vítrea, ou atrasada, após a zona de temperatura de transição vítrea. Dada a entrada das partículas de efeito metalizado no tanque de mistura, inicia-se o ciclo de sinterização. Durante o ciclo de sinterização, correntemente com uma duração curta de 30 s, ocorre a incorporação das partículas funcionais na superfície da matriz polimérica. As partículas poliméricas visto se encontrarem na zona da sua temperatura de transição vítrea, adquirem uma estrutura maleável e flexível o que por sua vez, permite a correta agregação das partículas de efeito na sua superfície. Apresenta-se na Figura 5 uma ilustração do fenómeno de sinterização.[34] Dado o término do ciclo de sinterização segue-se a descida da velocidade do rotor da unidade de sinterização, e conseqüente diminuição da temperatura da mistura. Neste momento é alimentado manualmente à mistura, pelo compartimento superior, um aditivo para regular a fluidez do pó. Chegado a uma velocidade de agitação igual a 0 rpm, é dado por encerrado o processo de sinterização. O revestimento de tinta em pó com efeito metalizado, é extraído pelo tubo de descarga inferior.

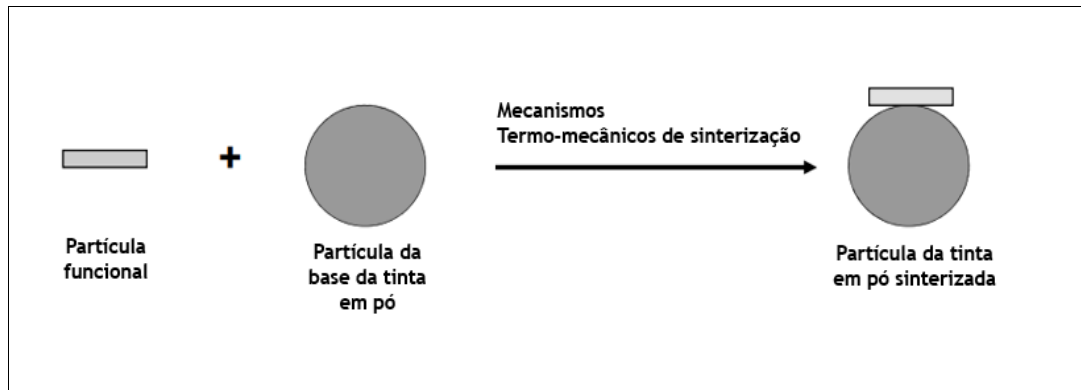


Fig 5. Ilustração do ciclo de sinterização (Adaptado de [34])

A tecnologia de sinterização distingue-se das anteriormente utilizadas tais como, mistura seca (*dry blend*) e extrusão, pela adesão das partículas funcionais na superfície das partículas poliméricas. O método de sinterização, quando comparado com os métodos alternativos, apresenta a desvantagem de estar associado a elevados custos de equipamento e operação. Em relação ao método de mistura seca a maior diferença prende-se com o facto de não existir qualquer tratamento térmico, ou mecânico, durante o processo. Neste método, os revestimentos de tinta em pó são produzidos unicamente pela mistura de todos os componentes (por agitação manual ou mecânica). Deste modo, para o método de mistura seca, as partículas funcionais encontram-se desagregadas das restantes partículas poliméricas do revestimento de tinta em pó. Na aplicação do revestimento de tinta em pó no substrato metálico, as partículas funcionais adquirem uma carga eletrostática diferente das restantes partículas. Devido a este facto torna-se impossível a realização da recuperação do produto, visto existir a perda do efeito metalizado na fração reciclada. A perda do efeito metalizado deve-se à aglomeração das partículas funcionais, e a sua conseqüente separação, dos restantes constituintes do revestimento de tinta em pó. Para a tecnologia de sinterização, visto existir uma incorporação das partículas funcionais na matriz polimérica, a qualidade da fração reciclada do produto é mantida. [8][35]

Em comparação com o método de extrusão, a maior diferença reside nas forças aplicadas nos materiais constituintes do revestimento de tinta em pó durante o processo de extrusão. Estas forças podem provocar a deformação da estrutura dos materiais, e no caso dos pigmentos metálicos, até a sua destruição. Usualmente tais materiais são utilizados como aditivos nas tintas em pó pelo que, devido aos danos causados na sua morfologia tornam-se ineficientes. Materiais abrasivos e duros podem provocar danos, ou incrustações na extrusora e como tal, não devem ser incorporados no revestimento de tinta em pó por este processo. Materiais como catalisadores são usados por duas razões: diminuir o tempo de cura, ou diminuir as temperaturas de cura do revestimento em pó.

Os catalisadores quando submetidos às temperaturas na extrusora (normalmente entre 90 °C a 140 °C) podem em parte curar, e conseqüentemente provocar defeitos no produto final ou, incrustações no fuso extrusivo. Este fenômeno ocorre devido ao uso de catalisadores muito reativos ou em alternativa, devido à utilização de grandes concentrações do mesmo. O processo de sinterização permite que matérias-primas como estas sejam incorporados na mistura, sem afetar a qualidade do produto ou, desgastar o equipamento. Partículas como fluoropolímeros termoplásticos, nomeadamente o fluoreto de polivinilideno (PVDF), devido a possuir características como baixa densidade e alta resistência a solventes, em conjunto com outros materiais poliméricos, como as resinas epóxi, formam uma multicamada protetora no revestimento de tinta em pó. Se os processos usados na produção da tinta em pó implicarem tensões de cisalhamento elevadas, as partículas desagregam. O processo de sinterização usado tem a vantagem de aplicar pequenas tensões de corte e, assim, minimizar o descolamento do revestimento protetor das partículas funcionais. Deste modo é possível o uso de multicamadas poliméricas na produção de tinta em pó, e conseqüentemente a obtenção de um produto com uma maior durabilidade. [32][23]

Gunde *et al.* [36] estudou a influência da duração do ciclo de sinterização e do tempo de cura, para revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio produzidos pelo processo de sinterização. Os autores concluíram que partículas de alumínio, com uma dimensão menor que 10 µm, aderem à superfície das partículas da base do revestimento de tinta em pó. Partículas de alumínio de maior dimensão permanecem desagregadas durante o processo. Concluíram ainda, que a maior parte das partículas de alumínio se orientavam paralelamente à superfície do revestimento de tinta em pó, depois do processo de cura. Para um maior tempo de sinterização verificaram que, a orientação paralela das partículas de alumínio na superfície do revestimento de tinta em pó era mais uniforme.

2.4. Pulverização electrostática

A aplicação dos revestimentos de tinta em pó é realizada através de uma pistola eletrostática num substrato metálico. As partículas de pó são pulverizadas através da pistola electrostática, o que permite o seu carregamento elétrico e, com o auxílio das moléculas do ar, estas são transportadas até ao substrato metálico. O substrato, sujeito a ligação terra e ao campo elétrico criado entre a pistola e o substrato, segundo forças eletrostáticas, permite que as partículas de pó sejam atraídas e depositadas na sua superfície. [37]

Existem dois métodos utilizados para o carregamento da pistola: o primeiro, *Corona*, em que a pistola é ligada e carregada, por um gerador de alta corrente (entre 80 kV e 100 kV) que proporciona uma carga, normalmente negativa, às partículas de pó. Na Figura 6 apresenta-se uma ilustração de uma pistola eletrostática *Corona*. [38]

Já no segundo, *Tribo*, não existe um gerador de corrente pelo que, a carga eletrostática surge com a fricção entre os materiais das paredes da pistola e as partículas do revestimento em pó. Aqui a carga adquirida pelas partículas da tinta é normalmente positiva, devido à transferência de elétrons para o material da pistola. Existem algumas desvantagens do uso desta pistola perante a *Corona* tais como, um aumento do tempo necessário para o revestimento eficiente do substrato, e um tempo de vida mais curto. A pistola *Corona* é mais usual na indústria. Para o tema em estudo é usada uma pistola de carregamento *Corona*. [37][39]

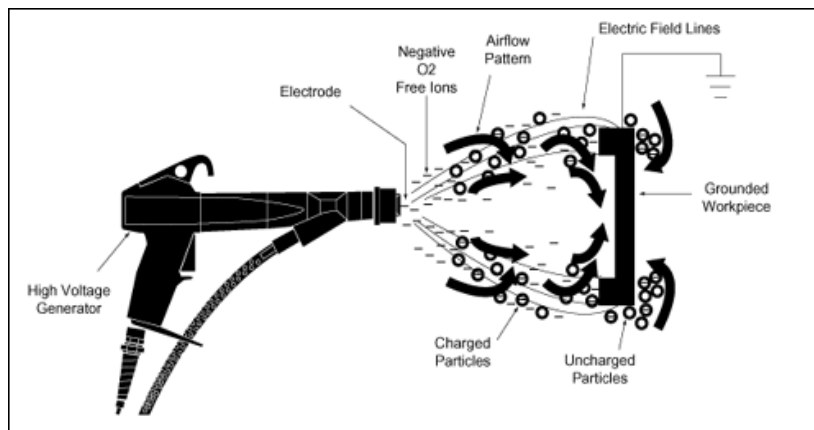


Fig 6. Ilustração de uma pistola corona de aplicação eletrostática.

2.5. Processo de Cura

Para o caso em estudo, polímeros termoendurecíveis, o processo de cura é caracterizado pela formação de uma rede tridimensional polimérica. Com o aumento da temperatura os polímeros de baixo peso, segundo uma reação química irreversível, ligam-se entre si formando cadeias poliméricas que por sua vez se agregam originando a rede polimérica. [1]

O processo de cura para os revestimentos de tinta em pó é realizado sob uma fonte de calor, para o qual são utilizados equipamentos como estufas, segundo temperatura e intervalo de tempo controlados. A temperatura do equipamento e o intervalo de tempo, são estabelecidos pela temperatura e duração de cura, da resina do revestimento de tinta em pó.

2.6. Processo de reciclagem

Acoplado à tecnologia de sinterização é utilizado um equipamento, ciclone, para a realização da recuperação do revestimento de tinta em pó. O ciclone é comumente utilizado para tratamento de correntes gasosas no qual, ocorre a separação das partículas sólidas, poluentes, da corrente gasosa. O processo ocorre segundo a ação de forças centrífugas. Em primeiro lugar, a corrente de gás contaminada é alimentada pela parte superior do ciclone. Devido às forças centrífugas exercidas nas partículas, estas deslocam-se em direção às paredes do equipamento onde, devido à redução da sua velocidade, começam a estagnar e depositar-se junto das mesmas. Neste momento, a força gravítica das partículas torna-se dominante, e conseqüentemente as partículas movimentam-se para a parte inferior do ciclone, onde são posteriormente removidas. A corrente de ar limpo é removida na parte superior do ciclone. Na Figura 7 apresenta-se uma ilustração do equipamento ciclone. [40][41]

A eficiência do equipamento é dependente do tamanho da partícula. O tamanho ideal recomendado para os contaminantes da corrente gasosa, partículas, é no mínimo de $5,0 \mu\text{m}$. Quanto maior for o diâmetro da partícula, maior será a força gravítica e a sua remoção e conseqüentemente, maior será a eficiência do processo. [40]

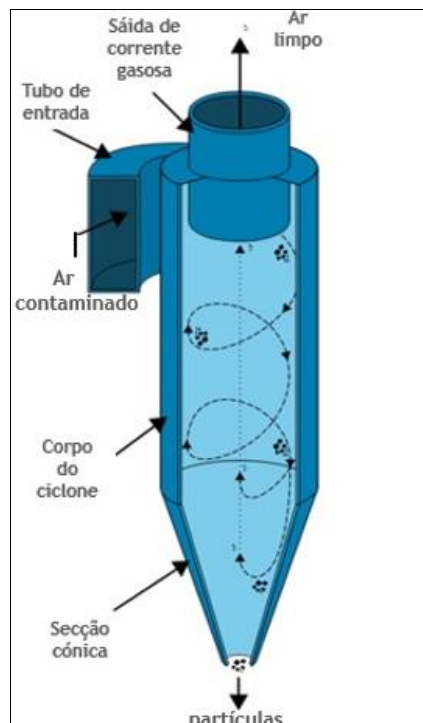


Fig 7. Ilustração do equipamento ciclone (adaptado de [41]).

Para a realização do processo de recuperação de tinta em pó metalizada, é alimentada, no equipamento ciclone, a fração de tinta em pó que não ficou depositada

no substrato metálico, durante a aplicação eletrostática do revestimento de tinta em pó. A fração reciclada do produto é recolhida na unidade inferior do equipamento e reaplicada num substrato metálico. A eficiência do equipamento utilizado, ciclone, é aproximadamente igual a 70 %.

Um dos problemas da reciclabilidade de revestimentos de tinta em pó metalizados prende-se com a perda das partículas metálicas na fração reciclada de produto, após várias passagens pelo ciclone. As partículas metálicas adquirirão uma carga eletrostática diferente das restantes partículas do revestimento de tinta em pó (polímeros), quando aplicadas no substrato metálico. Após vários ciclos efetuados para a recuperação de tinta em pó verifica-se que, as partículas de efeito metálico começam a aglomerar-se e, conseqüentemente, desagregam-se das restantes. Visto que o produto obtido pela reciclagem é continuamente misturado ao revestimento de tinta em pó inicial, a concentração de partículas metálicas no revestimento vai ser cada vez menor pelo que, o efeito metálico da fração reciclada do produto é discordante do inicial.

3. Materiais e Métodos

Nesta seção serão apresentadas as condições processuais para os ensaios realizados laboratorialmente, e respectivos materiais e formulações, assim como os métodos utilizados para a sua caracterização e avaliação dos produtos obtidos.

3.1. Produção de tinta em pó metalizada

Para os ensaios realizados de mistura seca e sinterização, as formulações estudadas tiveram que ser produzidas e, seguidamente, aplicadas. Ambos os processos foram testados a nível laboratorial. A nível industrial os processos de mistura seca e sinterização são idênticos a nível laboratorial.

Para os dois métodos produtivos utilizados foi feita a pesagem dos componentes constituintes do revestimento de tinta em pó, com uma composição mássica de 98,5 % de base do revestimento de tinta em pó, e 1,5 % de pigmento de efeito. Devido às forças aplicadas durante o processo de sinterização, o revestimento de tinta em pó resultante possui uma distribuição do tamanho das partículas muito dispersa. Antes de se proceder à aplicação eletrostática do revestimento de tinta em pó, foi necessário recorrer a um processo de separação das partículas de maior dimensão. O equipamento utilizado para a separação das partículas, foi um peneiro com uma rede de diâmetro de 200 μm . As partículas resultantes de maior dimensão são denominadas de “grossos” e armazenadas para posterior reaproveitamento. Estas representam um fator importante para o aumento de escala do processo a nível industrial. As partículas com uma dimensão inferior a 200 μm , são aplicadas electrostaticamente no substrato metálico. De seguida, os substratos metálicos são colocados numa estufa, segundo condições controladas, para o devido endurecimento do revestimento de tinta em pó.

Para os ensaios de sinterização realizados laboratorialmente foram estudadas, e alteradas, as seguintes variáveis de processo: *temperatura*, *velocidade de agitação*, *duração do ciclo de sinterização*, e momento de alimentação da partícula funcional. As alterações realizadas para as variáveis processuais foram as seguintes: aumento da temperatura (+1 °C); redução da velocidade do rotor da unidade de sinterização, e aumento da duração do ciclo de sinterização. O aumento da duração do ciclo de sinterização foi realizado com base nas experiências realizadas para revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio pelos autores Gunde *et al.* [36]. Em paralelo, foram realizados ensaios pelo método de mistura seca, para cada revestimento de tinta em pó metalizado produzido.

3.1.1. Revestimentos em pó de efeito metalizado com micas

Para a produção de revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com micas, foram realizados para quatro ensaios laboratoriais de sinterização, com diferentes condições processuais. A base do revestimento de tinta em pó utilizada é designada na Tabela 1 como “Base 1”. Os materiais utilizados apresentam-se na Tabela 1:

Tabela 1. Descrição da composição do revestimento de tinta em pó metalizado com micas.

Componentes	Função	Natureza
Base 1	Resina 1	poliéster carboxilada
	Resina 2	endurecedor
	Aditivo1	regulador de viscosidade
	Aditivo 2	carga
	Aditivo 3	-
	Carga	-
Pigmentos de efeito	P2	micas revestidas c/ TiO_2
	P3	mica revestidas c/ FeO e TiO_2
	P4	mica revestidas c/ TiO_2 e Fe_2O_3
Aditivo	A4	regulador de fluidez

Para os ensaios de sinterização realizados laboratorialmente, a partícula funcional foi alimentada ao tanque de mistura na zona da temperatura de transição vítrea da base do revestimento de tinta em pó (“fim” na Tabela 2), e no início do processo de sinterização, zona de baixa temperatura, (“início” na Tabela 2). A temperatura foi medida aquando da abertura da comporta superior do equipamento laboratorial de sinterização, à frente designada de “temperatura abertura”. Na Tabela 2 apresentam-se as condições processuais correspondentes aos ensaios realizados laboratorialmente:

Tabela 2. Condições processuais para os ensaios de sinterização realizados laboratorialmente para revestimentos de tinta em pó metalizados com micas.

	T abertura (°C)	Velocidade do rotor (rpm)	Duração ciclo sinterização (s)	Alimentação da partícula
Ensaio 1*	63	2572	40	fim
Ensaio 2	64	1500	15	fim
Ensaio 3	63	2602	40	início
Ensaio 4	63	2011	150	fim

* ensaio realizado com as condições padrão de sinterização

Os revestimentos de tinta em pó resultantes de cada ensaio foram aplicados electrostaticamente em substratos metálicos, com revestimentos de espessuras médias entre **60 a 80 µm**. De seguida os substratos metálicos foram colocados na estufa durante um intervalo de tempo de **10 minutos**, segundo uma temperatura de **200 °C**.

De seguida, realizou-se o processo de reciclagem para os produtos obtidos pelos cinco ensaios laboratoriais, quatro de sinterização e um de mistura seca, através do equipamento ciclone. Para a realização deste processo começou-se pela aplicação electrostática, de uma massa de 500 g do revestimento de tinta em pó, em dois substratos metálicos de dimensão A5. A fração reciclada do produto foi recolhida pela unidade inferior do ciclone e aplicada electrostaticamente, em substratos metálicos. Seguiu-se a cura dos revestimentos de tinta em pó reciclados na estufa, durante **10 min** a uma temperatura de **200 °C**.

3.1.2. Revestimentos em pó de efeito metalizado com pigmentos de alumínio

Visto o maior desafio incidir nos produtos com pigmentos de alumínio, realizou-se um estudo mais aprofundado sobre estas partículas de efeito. Foram executadas várias experiências laboratoriais de sinterização para a produção de revestimentos de tinta em pó, com diferentes dimensões médias de pigmentos de alumínio: **54 µm, 34 µm e 10 µm**. Todos os pigmentos de alumínio utilizados, independentemente do seu tamanho, são pré-revestidos com *sílica*.

1. Ensaios com pigmentos de plaqueta de alumínio de 34 µm

Foram realizados 5 ensaios laboratoriais de sinterização, com diferentes condições processuais. As condições processuais para cada ensaio de sinterização realizado laboratorialmente, são apresentadas no Apêndice A1 (Tabela A1 1). Realizou-se um

ensaio pelo método de mistura seca. Os materiais utilizados para a produção dos revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio encontram-se descritos na Tabela 3:

Tabela 3. Constituintes do revestimento de tinta em pó metalizado com pigmentos de alumínio obtidos para os 5 ensaios laboratoriais.

Componentes	Função	Natureza
Base 2	Resina 1	poliester
	Resina 2	endurecedor
	Aditivo 1	regulador de viscosidade
	Aditivo 2	cera
	Carga 1	-
Pigmentos de efeito	P1	Al revestido c/silica
Aditivo	A3	Regulador de fluidez

Procedeu-se a realização do processo de reciclagem para os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos 6 ensaios, cinco de sinterização e um de mistura seca, através do equipamento ciclone. O processo foi realizado segundo as condições descritas anteriormente para os revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com Micas. Para cada produto obtido pelos ensaios laboratoriais, foram efetuadas duas passagens no ciclone. Para a 2ª passagem é reciclado e reaplicado o revestimento de tinta em pó resultante da 1ª passagem no equipamento ciclone.

Por fim, foram executadas aplicações eletrostáticas de todos os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos ensaios laboratoriais executados, em substratos metálicos com espessuras médias entre **60 a 80 μm** . Seguiu-se a sua colocação na estufa durante um intervalo de tempo de **16 min**, a uma temperatura de **200°C**.

2. Ensaios com pigmentos de plaqueta de alumínio de 54 μm

Para os pigmentos de alumínio de maior dimensão foram realizados quatro ensaios laboratoriais de sinterização, e um de mistura seca. As condições processuais para os ensaios de sinterização realizados encontram-se descritas no Apêndice 1 (Tabela A1 2). Os materiais utilizados apresentam-se na Tabela 3.

Foi realizado o processo de reciclagem para os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos 5 ensaios, 4 de sinterização e um de mistura seca, através do equipamento ciclone. Foram efetuadas duas passagens no equipamento ciclone.

Por fim, foram executadas aplicações eletrostáticas de todos os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos ensaios laboratoriais, em substratos metálicos com espessuras médias entre **60 a 80 μm** . Seguiu-se a sua colocação na estufa durante um intervalo de tempo de **16 min**, a uma temperatura de **200°C**.

3. Ensaio com pigmentos de plaquetas de alumínio de 10 μm

Realizou-se 5 ensaios laboratoriais de sinterização, e um ensaio de mistura seca. Os materiais utilizados, excetuando os pigmentos de alumínio, para a produção dos revestimentos de tinta em pó de efeito, são apresentados na Tabela 3. As condições processuais utilizadas nos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente são descritas no Apêndice 1 (Tabela A1 3).

Para todos os revestimentos de tinta de pó obtidos foi efetuado o processo de reciclagem. Apenas foi realizada uma passagem no equipamento ciclone.

De seguida aplicou-se electrostaticamente todos os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos ensaios laboratoriais, em substratos metálicos com espessuras médias entre **60 a 80 μm** . Seguiu-se a sua colocação na estufa durante um intervalo de tempo de **16 min**, a uma temperatura de **200 °C**.

3.2. Produção de tinta em pó com grafeno

Para a realização do processo de sinterização para revestimentos de tinta em pó com partículas de Grafeno, utilizou-se os materiais apresentados na Tabela 4:

Tabela 4. Descrição da constituição da tinta em pó com grafeno.

Material	Fração mássica (%)
Base	99,5
Grafeno	0,5

Foram realizados dois ensaios de sinterização para a produção de revestimentos de tinta em pó com grafeno. No primeiro ensaio utilizou-se a “Base 1” - descrita na Tabela 1. Para o segundo ensaio foi utilizada a “Base 2” - descrita na Tabela 3. As condições processuais de sinterização utilizadas para os ensaios realizados laboratorialmente com partículas de grafeno, são apresentados na Tabela 5:

Tabela 5. Descrição dos parâmetros de sinterização para os revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno.

	T abertura (°C)	Velocidade do rotor (rpm)	Duração do ciclo de sinterização (s)	Alimentação da partícula com efeito
Ensaio 1*	64	1500	15	fim
Ensaio 2^	64	1800	40	fim

* ensaio realizado com base 1

^ ensaio realizado com base 2

Realizou-se dois ensaios de mistura seca, um com a “Base 1” e outro com a “Base 2”, para posterior comparação com os produtos obtidos pelo processo de sinterização. Para a realização destes ensaios, a formulação utilizada foi a descrita na Tabela 4.

Para os revestimentos de tinta em pó obtidos laboratorialmente seguiu-se a sua aplicação eletrostática em substratos metálicos, com espessuras médias entre **60 a 80 µm**, e a sua subsequente cura na estufa durante **10 min** a uma temperatura de **200 °C**.

3.3. Métodos de caracterização/ avaliação

Para a avaliação dos revestimentos de tinta em pó obtidos laboratorialmente, foi necessário recorrer a testes de caracterização dos produtos. Neste tópico serão descritos todos os métodos de avaliação utilizados para análise dos produtos obtidos laboratorialmente.

3.2.1. Teste de resistência física: Martindale

O teste Martindale é utilizado para quantificar a resistência à abrasão física para um determinado material. Este consiste na realização de movimentos cíclicos por um disco abrasivo, sujeito a um determinado peso na parte superior, na superfície do substrato metálico. O equipamento possui duas posições, em paralelo, para a colocação de substratos metálicos de tamanho A5. O equipamento é maioritariamente usado na indústria têxtil. [42]

O equipamento Martindale usado no laboratório (à frente na Figura 8) foi utilizado para a avaliar a retenção de brilho na superfície do revestimento de tinta em pó. Este segue a norma DIN CEN TS 1661. O teste foi realizado para todos os revestimentos de tinta em pó metalizados obtidos nos ensaios laboratoriais, segundo as seguintes condições:

1. Ciclos de **24 movimentos** (30 s);

2. Discos com um peso de 6 N;

No final do teste foram feitas 3 medidas do brilho, na área de aplicação do disco, segundo um ângulo de 60°, e registada a média.

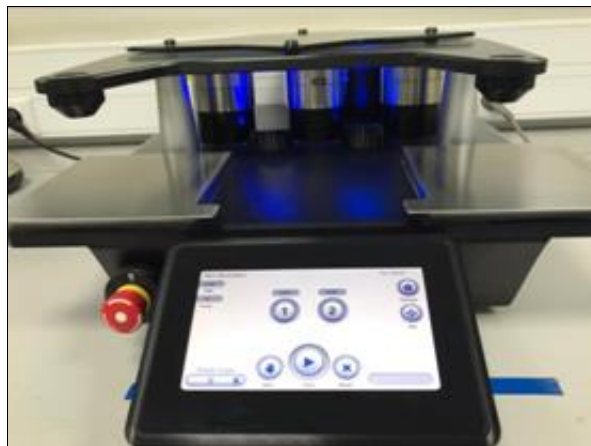


Fig 8. Equipamento utilizado para teste Martindale.

3.2.2. Teste de resistência química: NaOH

Para avaliação da resistência química dos revestimentos de tinta em pó, foram realizados testes com hidróxido de sódio. O teste consiste em submeter a superfície do revestimento de tinta em pó com uma pequena quantidade de NaOH de concentração 1 M, durante um determinado intervalo de tempo. Os resultados obtidos são avaliados visualmente, consoante alteração da cor, na superfície do revestimento de tinta em pó.

O teste de resistência química com NaOH foi executado, segundo a norma EN ISO 2812-1, para todos os revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado obtidos laboratorialmente, para 3 intervalos de tempos diferentes: 1 h, 2 h e 4 h.

3.2.3. Resistência à agulha carregada

Para este método é testada a resistência física do revestimento de tinta em pó a uma agulha carregada com um determinado peso específico, segundo a norma ISO 1518-1. A penetração da agulha é realizada na camada superficial do substrato. [43]

Aplicou-se os revestimentos de tinta em pó em substratos metálicos, com espessuras variantes ao longo do substrato, e iniciou-se a riscagem na amostra com a agulha carregada com uma carga de 2 kg. O procedimento seguiu-se com cargas crescentes, até ao momento em que perfuração torna visível a superfície do substrato.

3.2.4. Certificação Qualicoat

A norma Qualicoat é um conjunto de diretivas para revestimentos de alumínio destinados a aplicações arquiteturas que visa a homologação dos mesmos, garantindo a durabilidade e qualidade, dos produtos quando expostos ao exterior.[43]

Teste de Resistência à Argamassa

O teste mortar, ou resistência à argamassa, é destacado para a dissertação em estudo por conferir uma maior problemática. Este avalia a resistência do revestimento a uma massa alcalina na sua superfície, pelo que as condições do ensaio são impostas pela norma EN 12206-1. A massa alcalina foi preparada com a seguinte constituição: **15 g de hidróxido de cálcio, 41 g de cimento e 244 g de areia**; foi adicionada água na mistura até a pasta ficar com uma consistência macia. De seguida aplicou-se na superfície do revestimento quatro porções da argamassa, com cerca de 15 mm de diâmetro e 6 mm de espessura. As amostras foram colocadas numa estufa com condições de temperatura e humidade controladas, **38 °C e (95 ± 5) % durante 24 horas** [à frente na Figura 9 a)]. No final deste período, retirou-se manualmente a argamassa da superfície do revestimento com um pano húmido e, deixou-se secar [à frente na Figura 9 b)]. [44]

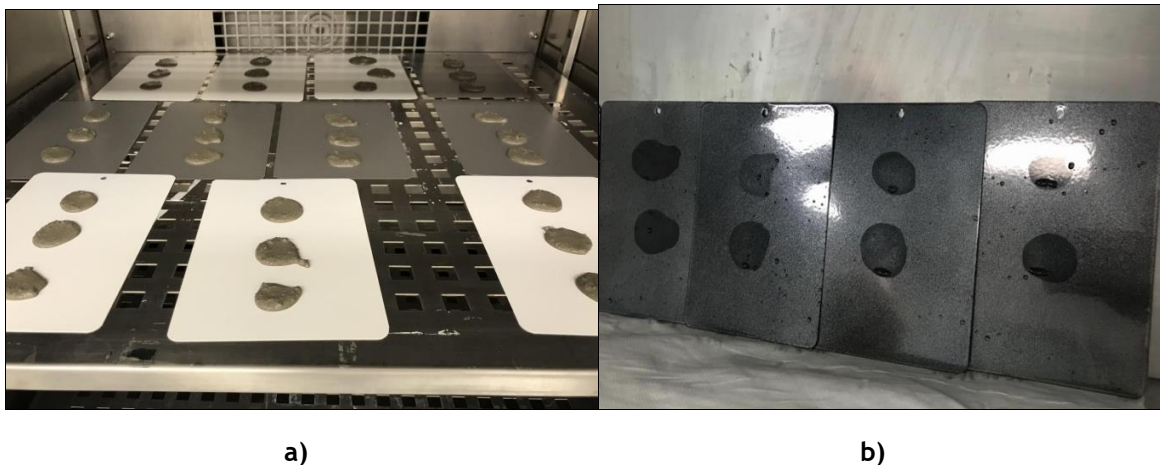


Fig 9. Ensaio de resistência à argamassa a) câmara de humidade utilizada para realização do teste; b) exemplo de resultados para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado.

Resistência ao nevoeiro salino neutro

O teste é normalizado pela ISO 9227 e tem como objetivo a avaliação da corrosão, e resistência de materiais metálicos. Foram aplicadas em substratos metálicos de alumínio cromatado os revestimentos de tinta em pó obtidos laboratorialmente. As amostras foram feitas em duplicado. Foi feita uma incisão em cruz no revestimento de tinta em pó até atingir o substrato metálico, com uma largura de **1 mm**. [43] De seguida, colocaram-se as amostras na câmara durante **1000 horas**.

Tabela 6. Condições do ensaio nevoeiro salino.

Parâmetro (descrição)	Atributo (valor)
Temperatura	35 °C
Concentração da solução de NaCl	50,0 g/L
pH	6,8
Caudal médio de recolha	1,5 mL/h

Resistência à câmara de humidade

O método é caracterizado pela norma ISO 6270-2 e avalia o empolamento do material. Este requer que seja feita uma incisão em cruz no revestimento de tinta em pó com a largura de, pelo menos, 1 mm de modo a atravessar o revestimento até que seja visível o substrato metálico. Os revestimentos de tinta em pó obtidos pelos ensaios laboratoriais foram aplicados em substratos metálicos de alumínio cromatado. Foram feitas amostras em duplicado, com incisões em cruz na sua superfície. [44] O teste teve uma duração de 1000 h. As condições da câmara utilizada encontram-se Tabela 7:

Tabela 7. Condições operatórias da câmara de humidade.

Parâmetro (descrição)	Atributo (valor)
Temperatura	40 °C
Humidade relativa	100 %

Resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB

Para o teste de QUV-B-GSB, as amostras são inseridas numa câmara com lâmpadas QUV onde são submetidas a ciclos de luz UV-B, com temperatura e humidade controlada. O teste é realizado segundo a norma ISO 16474-3. É avaliado para o revestimento de tinta em pó, a alteração de cor no sistema CIELAB ΔE x ab, fórmula de acordo com a ISO 11664-4, e a retenção de brilho, num ângulo de incidência de 60 °, segundo a norma ISO 2813. [44] Os revestimentos de tinta em pó foram aplicados em substratos metálicos de alumínio, com dimensões 140 x 60 mm². O ensaio teve uma duração de 300 horas onde foram feitas duas medidas nos tempos 168 e 304 h. As condições do teste apresentam-se na Tabela 8:

Tabela 8. Condições utilizadas no teste QUV-B- GSB.

Parâmetro (descrição)	Atributo (valor)
Tempo do ciclo de exposição UV	4,0 h
Temperatura do ciclo de radiação	50 °C
Tempo do ciclo de condensação	4 h
Temperatura do ciclo de condensação	40 °C
Tipo de radiação UVB	313 nm
Emissão	0,750 W/m ² /nm

Resistência ao envelhecimento acelerado: xenon

O teste de resistência ao envelhecimento, acelerado com lâmpadas xenon, tem o intuito de simular a exposição da luz natural. As amostras são inseridas numa câmara com ciclos de luz xenon, com temperatura e humidade controlada. O teste é realizado segundo a norma ISO 16474-2. [44] Os revestimentos de tinta em pó, obtidos pelos ensaios realizados laboratorialmente, foram aplicados electrostaticamente em substratos metálicos de alumínio com dimensões 100 x 50 mm². O ensaio foi realizado segundo as seguintes condições apresentadas na Tabela 8. O ensaio teve uma duração de 1000 horas.

Resistência ao envelhecimento natural: Flórida

O teste de resistência ao envelhecimento natural tem o objetivo de simular as condições de exposição atmosférica na Flórida. Este é realizado de acordo com a ISO 2810, e avalia a alteração de cor e retenção de brilho no produto.[44] Os produtos obtidos laboratorialmente foram aplicados em substratos metálicos, de dimensões 100 x 305 x 0,8 - 1 mm. As amostras foram colocadas num painel exterior, na Megadur, com duração prevista de 24 meses. O painel utilizado para o teste apresenta-se na Figura 10.



a)

b)

Fig 10. Imagens dos painéis utilizados para teste Flórida.

3.2.5. Microscopia Eletrónica

Para uma melhor perceção da distribuição das partículas funcionais no revestimento de tinta em pó, e para o estudo da composição química das partículas utilizadas, recorreu-se a análise de Microscopia Eletrónica de Varrimento e Microanálise por Raios X (SEM/EDS). Recorreu-se ao equipamento de microscopia eletrónica da CEMUP - JEOL JSM 6301F/ Oxford INCA Energy 350. Analisaram-se amostras em pó dos revestimentos de tinta em pó obtidos nos ensaios realizados laboratorialmente 1, 4, 5, 6 e uma amostra em pó dos pigmentos de alumínio de menor dimensão. Para todas as amostras foi necessário realizar um revestimento condutor, filme fino de Au/Pd, por pulverização catódica (sputtering), utilizando o equipamento SPI Module Sputter Coater.

Posteriormente foi realizada uma segunda análise de microscopia eletrónica (SEM/EDS). Analisaram-se amostras em pó dos revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio de dimensão 10 µm e dos revestimentos de tinta em pó com micas, obtidos nos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente. Recorreu-se ao equipamento de microscopia eletrónica da UPTEC - Phenom XL. Efetuou-se em todas as amostras analisadas um revestimento condutor, filme fino de Au, por sputtering utilizando o equipamento LEICA EM ACE200.

4. Resultados e Discussão

Este capítulo divide-se em três partes: i) são apresentados e discutidos os resultados obtidos para os revestimentos de tinta em pó com micas; ii) discutem-se os resultados obtidos para os revestimentos de tinta em pó com alumínio; iii) avalia-se os resultados obtidos para os revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno. Nas três secções apresentadas, a avaliação dos testes apresentados foi realizada visualmente. A escala utilizada para qualificar os resultados obtidos é descrita pela norma **NP EN ISO 4628**. A escala varia de 0 a 5, em que **0** corresponde a **ausência de defeitos na superfície do revestimento** pó, e **5** corresponde a **defeitos muito graves, com perda da função do revestimento**. [45]

4.1. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com micas de efeito metalizado

Nesta secção são apresentados e discutidos apenas os resultados obtidos nos métodos de avaliação que conferem uma maior relevância para o estudo, nomeadamente os **testes de resistência química** - resistência à argamassa alcalina e resistência ao NaOH, e **para a avaliação da fração reciclada**. No Apêndice 2 apresentam-se os resultados obtidos para os restantes métodos de caracterização utilizados.

Teste resistência à argamassa

Os resultados obtidos para o teste de resistência à argamassa alcalina são apresentados na Tabela 9:

Tabela 9. Resultados do ensaio de resistência à argamassa alcalina.

	NP EN ISO 4628
Ensaio 1	2
Ensaio 2	0
Ensaio 3	2
Ensaio 4	1
Mistura seca	1
Base do revestimento	1

Segundo a análise dos valores apresentados na Tabela 9, o melhor resultado foi obtido para o produto resultante do **ensaio 2 de sinterização**. O ensaio 2 corresponde ao ensaio de sinterização **com redução da velocidade** do rotor do equipamento. Considerou-se que apenas os produtos resultantes dos ensaios 1 e 3, resultado igual a 2, **apresentaram perda de efeito metálico** no revestimento de tinta em pó.

Teste resistência química: NaOH

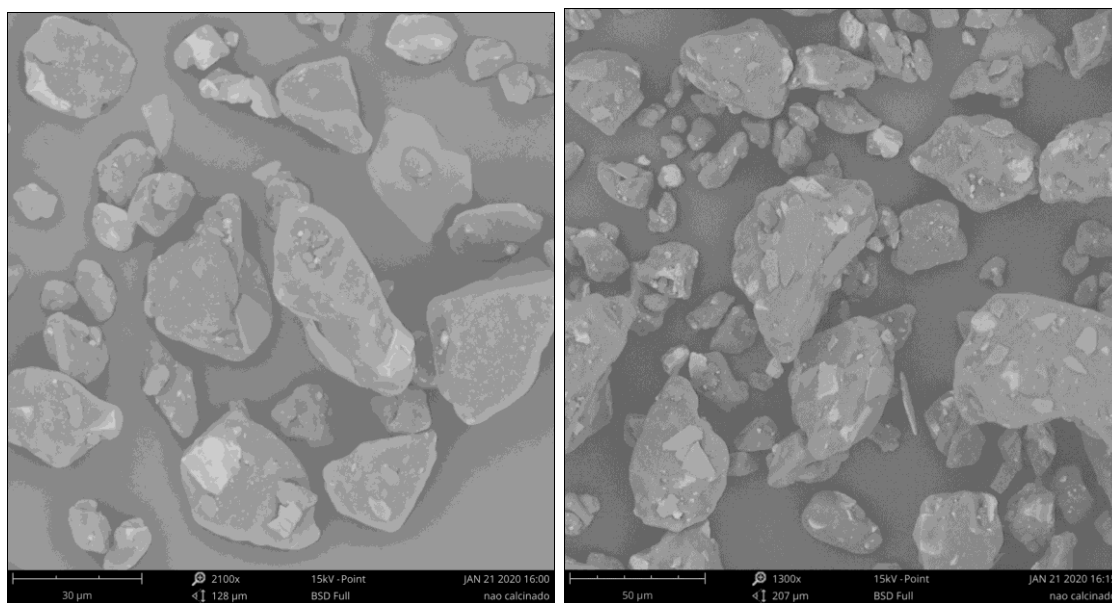
Relativamente ao teste de resistência química, todos os ensaios realizados indicaram ausência de defeitos na superfície do revestimento de tinta em pó - **classificação de 0**. Considerou-se que **todos os produtos** eram quimicamente resistentes ao NaOH.

Avaliação da fração reciclada

Para os produtos resultantes dos ensaios laboratoriais realizados, foi efetuada apenas uma passagem no equipamento ciclone. Verificou-se que a perda do efeito metalizado na fração reciclada dos produtos analisados **não foi significativa**.

Análise morfológica e elementar

As imagens obtidas da análise de microscopia eletrônica apresentam-se no Apêndice 11. Na Figura 11 apresentam-se duas imagens ilustrativas do produto resultante do ensaio laboratorial de sinterização nas **condições padrão**, e do ensaio laboratorial de sinterização **com aumento da duração do ciclo de sinterização**.



a)

b)

Fig 11. Produto resultante dos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) aumento do ciclo de sinterização.

Verificou-se na Figura 11 uma **maior incorporação das partículas funcionais** nas partículas poliméricas, para o ensaio de sinterização **com aumento** da duração do **ciclo de sinterização** - b) na Figura 11.

Efeito metalizado do produto

Pretende-se otimizar o processo de sinterização para a produção de revestimentos de tinta em pó com efeito metalizado, **sem comprometer o aspeto visual do produto**. Desta forma, avaliou-se as diferenças no efeito metalizado dos produtos resultantes dos quatro ensaios de sinterização realizados. Para o produto resultante do **ensaio 3** - ensaio de sinterização com **antecipação da alimentação** da partícula funcional, verificou-se uma perda do efeito metalizado, quando comparado com o produto resultante do ensaio de sinterização padrão. O **ensaio 2** - ensaio de sinterização com **redução da velocidade** do rotor, apresenta o revestimento de tinta com pó com um efeito metalizado **mais intenso**, quando comparado com os restantes produtos. Para o produto resultante do ensaio de sinterização com **aumento da duração do ciclo de sinterização** - **ensaio 4**, o efeito metalizado é semelhante ao produto resultante do ensaio de sinterização padrão. O efeito metalizado do produto resultante do ensaio de sinterização padrão é semelhante ao efeito metalizado do produto resultante do ensaio de mistura seca.

4.2. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com partículas de alumínio com efeito metalizado

Os revestimentos de tinta em pó incorporando partículas de alumínio apresentam tipicamente uma resistência química mais baixa. Desta forma, estes revestimentos foram objeto de uma investigação mais aprofundada. Nesta secção são discutidos os resultados dos métodos de avaliação relacionados com a resistência química e com a reciclabilidade do produto.

4.2.1. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 34 µm

Testes de resistência química

Os resultados obtidos para o teste de resistência à argamassa alcalina, e para o teste de resistência ao NaOH, encontram-se na Tabela 10:

Tabela 10. Resultados dos testes de resistência química, segundo norma NP EN ISO 4628.

	Resistência à argamassa	Resistência ao NaOH
Ensaio 1	2	3
Ensaio 4	2	1
Ensaio 5	1	0
Ensaio 6	2	1
Ensaio 7	2	2
Mistura seca	1	1
Base do revestimento	1	1

Como se pode verificar pela Tabela 10, os resultados obtidos para os dois testes de resistência química são concordantes entre si. Os resultados dos testes de caracterização do revestimento produzido por mistura seca são semelhantes ao revestimento produzidos apenas com a tinta em pó sem incorporação das partículas de alumínio. Para método de mistura seca, os revestimentos de tinta em pó são produzidos apenas pela mistura de todos os componentes (por agitação manual ou mecânica). Já para o processo de sinterização, os revestimentos de tinta em pó sofrem um tratamento termomecânico. Desta forma, era esperado que o produto resultante do ensaio de mistura seca, em comparação com os produtos resultantes dos ensaios de sinterização, obtivesse a melhor resistência química. No entanto, verificou-se que o **ensaio 5** obteve o **melhor resultado** ao teste de resistência química alcalina. O ensaio 5 corresponde à alteração da velocidade do rotor da unidade de sinterização. A diminuição da velocidade do rotor da unidade de sinterização, é realizada durante a alimentação das partículas de alumínio ao equipamento. Por esta razão, pensa-se que a **deterioração das partículas funcionais** poderá ser **menor**, e consequentemente a **conservação do pré-revestimento de sílica** poderá ser **maior**. Desta forma, poderá concluir-se que **redução da velocidade do rotor de sinterização** poderá originar um produto com uma **maior resistência química**.

Reciclagem do revestimento de tinta em pó

Foram realizadas duas passagens no equipamento ciclone. Para a 2ª passagem, é reciclado e reaplicado, o revestimento de tinta em pó resultante da 1ª passagem no equipamento ciclone. Os resultados obtidos para a recuperação do revestimento de tinta em pó apresentam-se na Tabela 11.

Tabela 11. Avaliação da fração reciclada dos revestimentos de tinta em pó segundo a norma NP EN ISO 4628.

	1º passagem no ciclone:	2º passagem no ciclone:
Ensaio 1	1	4
Ensaio 4	0	4
Ensaio 5	0	4
Ensaio 6	0	2
Ensaio 7	0	1
Mistura seca	0	2

Os resultados obtidos, apresentados na Tabela 11, para os produtos resultantes dos diferentes ensaios, apresentaram um **pior resultado** para a **2ª passagem** no ciclone. Considerou-se que, para todos os produtos só existiu a **perda do efeito metalizado** dos revestimentos de tinta em pó, a partir da segunda passagem no equipamento ciclone. Ao contrário do expectável, os produtos resultantes dos ensaios de sinterização 1, 4 e 5 obtiveram um **pior resultado** do que o produto resultante do ensaio de mistura seca. Para o método de mistura seca as partículas metálicas encontram-se desagregadas da matriz polimérica. Desta forma, durante o processo de reciclagem, era esperado a agregação das partículas de alumínio e sua consequente perda. O ensaio que obteve o **melhor resultado**, valor 1, foi o **ensaio 7**. O **ensaio 7** corresponde ao **aumento da duração do tempo de ciclo de sinterização** para 240 s. A conservação do efeito metalizado na fração reciclada do revestimento de tinta em pó, pode ser justificada pela maior duração do ciclo de sinterização. Pensa-se que o **aumento** da duração do ciclo de sinterização, possibilita uma **maior** incorporação das partículas metálicas na matriz polimérica. Em consequência da adesão das partículas funcionais na matriz polimérica, a carga eletrostática adquirida pelas partículas funcionais será coincidente com a carga electrostática adquirida pelas partículas poliméricas. Desta forma durante o processo de reciclagem, a aglomeração das partículas metálicas, e a sua consequente desagregação das restantes partículas, será **minimizada**. Poderá concluir-se que **uma maior duração do ciclo de sinterização**, se deverá traduzir numa **menor perda do efeito metalizado** na fração reciclada do produto.

Efeito metalizado do produto

Verificou-se que, para os revestimentos de tinta em pó com efeito metalizado resultantes dos 5 ensaios de sinterização realizados laboratorialmente, não **existiu alteração no aspeto visual** do produto. O efeito metalizado do produto resultante do ensaio de sinterização padrão é **semelhante** ao efeito metalizado do produto resultante do ensaio de mistura seca.

Análise morfológica e elementar

A análise de microscopia eletrónica foi realizada com o intuito de demonstrar as hipóteses levantadas para a avaliação dos resultados obtidos pelos métodos de caracterização. Segundo a análise morfológica realizada esperava-se visualizar que, **um aumento da duração do ciclo de sinterização**, originasse uma **maior adesão** das partículas funcionais na matriz polimérica. Com a análise elementar das partículas esperava-se comprovar que, **uma redução da velocidade do rotor da unidade de sinterização**, preservasse o pré-revestimento de sílica dos pigmentos de alumínio. Nas Figuras 12 e 13, apresentam-se algumas das fotografias obtidas pelo microscópio eletrónico, *JEOL JSM 6301F/ Oxford INCA Energy 350*, da análise realizada. No apêndice 7 apresentam-se as restantes fotografias obtidas pelo microscópio eletrónico.

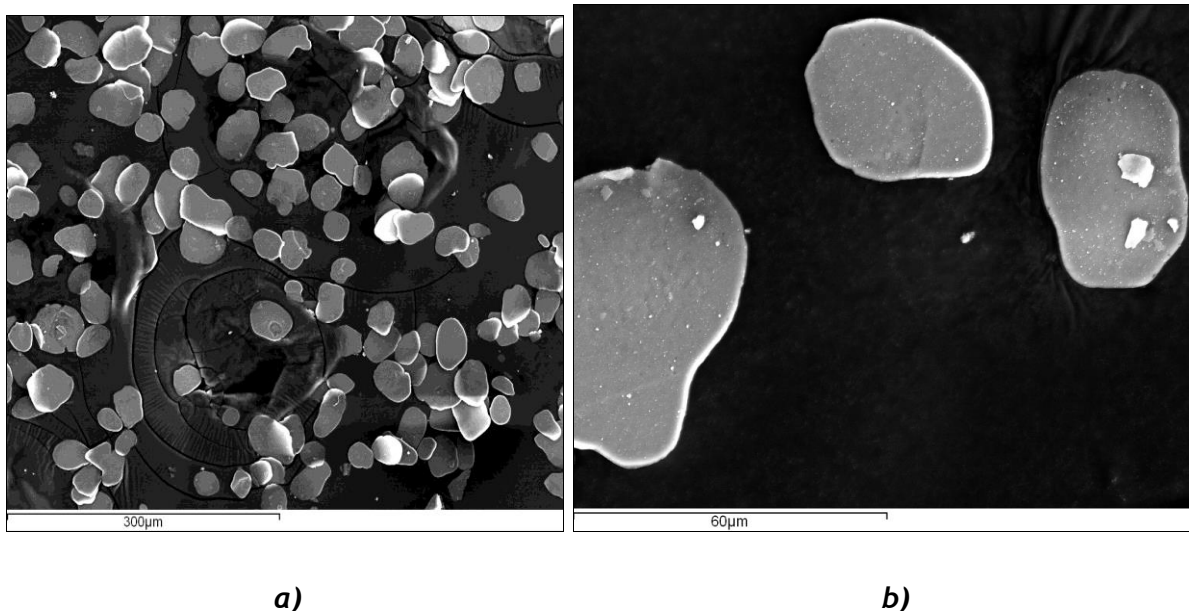


Fig 12. Pigmentos de Alumínio com uma dimensão média de 34 µm.

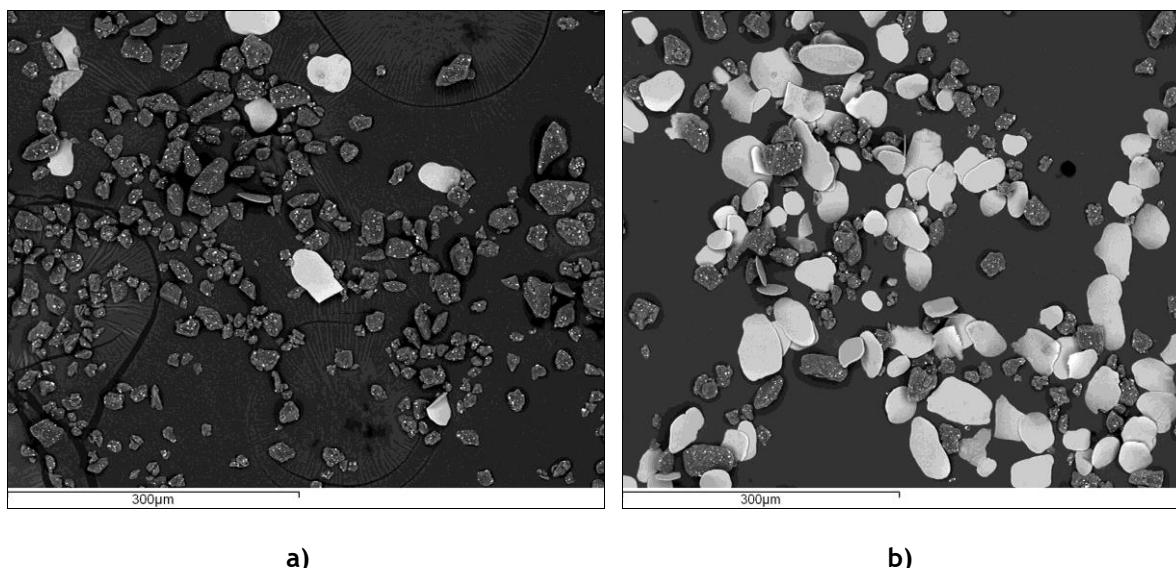


Fig 13. Ensaios sinterização a) condições padrão; b) aumento ciclo sinterização.

Em análise às Figuras 12 e 13, não se verificou aquilo que era esperado. Em primeiro lugar, **não foi possível observar o efeito de sinterização (bonding)** entre as partículas. No Apêndice 7, Figura A7 11, apresenta-se uma ilustração exemplificativa de um produto metalizado com alumínio produzido pelo método de sinterização. Verificou-se pela Figura 13 que as partículas metálicas se encontravam desagregadas das partículas poliméricas compósitas - base do revestimento de tinta em pó. Tal facto pode ser justificado pela dimensão **superior** das partículas de alumínio, quando comparado com a dimensão das partículas poliméricas compósitas. A dimensão média das partículas da base do revestimento de tinta em pó é aproximadamente **40 µm**. Observou-se pela Figura 13, que muitas destas partículas possuem um tamanho **menor** que 40 µm. Em segundo lugar, **não foi perceptível a diferença** entre incorporação das partículas metálicas na matriz polimérica, entre os dois ensaios de sinterização, *cf.* Figura 13. Desta forma **não foi possível demonstrar a hipótese que um aumento da duração do ciclo de sinterização** levasse a uma maior adesão das partículas metálicas, e por sua vez uma menor perda do efeito metalizado na fração reciclada.

Nas figuras 14 e 15, apresentam-se espectros obtidos pela análise elementar dos pigmentos de alumínio. Os restantes espectros são apresentados no Apêndice 8.

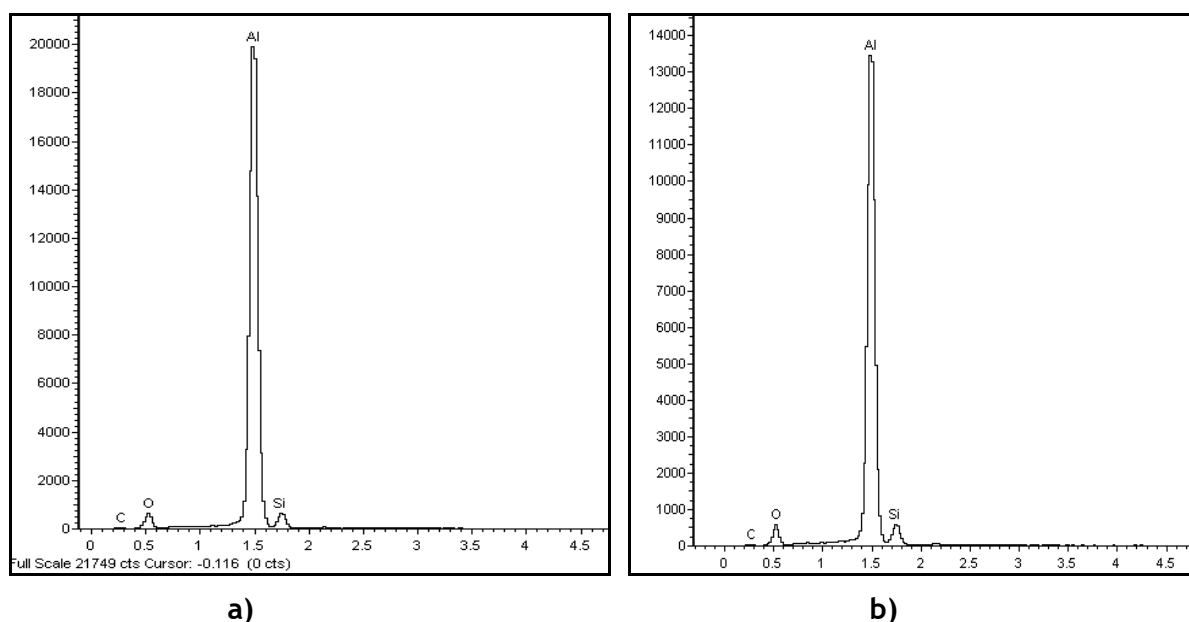


Fig 14. Espectros obtido, a 15 kV, para pigmentos de alumínio nos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) redução da velocidade de agitação.

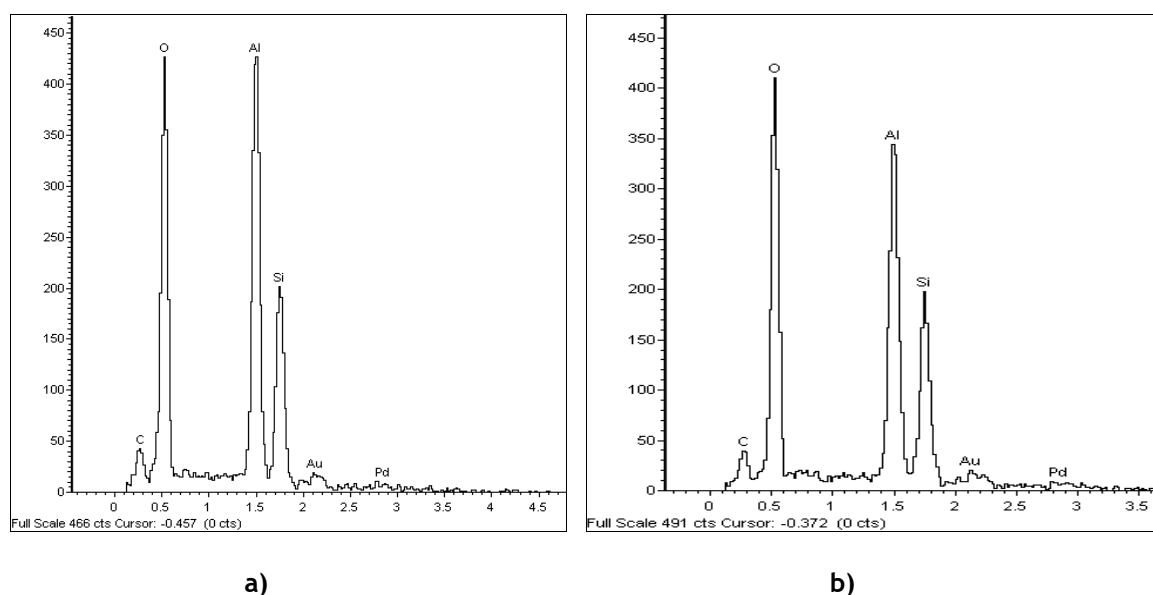


Fig 15. Espectros obtido, a 5 kV, para pigmentos de alumínio nos ensaios de sinterização a) condições padrão; b) redução da velocidade de agitação.

A presença de silício e oxigénio nos espectros apresentados na Figura 14, deverão corresponder ao pré-revestimento de sílica dos pigmentos de alumínio. Os elementos Au e Pd correspondem ao revestimento condutor aplicado nas amostras de pó analisadas. Comparando as Figuras 14 e 15, verifica-se um aumento da fração de oxigénio e silício - Figura 15. Tal facto, comprova a presença do pré-revestimento de sílica na superfície dos pigmentos de alumínio. Pode verificar-se da Figura 15 b) que não existe uma maior conservação do revestimento de sílica, quando comparada com a Figura 15 a). Deste modo não foi possível concluir que, uma redução da velocidade do rotor do tanque de

sinterização provocasse uma menor deterioração do pré-revestimento de sílica, e consequentemente originasse um produto quimicamente mais resistente.

4.2.2. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 54 μm

Para os revestimentos de tinta em pó com plaquetas de alumínio de 54 μm , foram analisados os resultados obtidos para os métodos de caracterização referentes à resistência química, e à reciclabilidade do produto. No Apêndice 4 são apresentados os resultados obtidos para todos os métodos de caracterização utilizados.

Para os testes de avaliação de resistência química, e da fração reciclada do produto, os resultados obtidos foram concordantes com o esperado. O ensaio que obteve **o melhor resultado** para os testes de resistência química, foi o ensaio com **redução da velocidade** do rotor (ensaio 13). O ensaio que obteve **a menor perda do efeito metalizado** na fração reciclada, foi o ensaio **do aumento da duração** do ciclo de sinterização (ensaio 14). Para a avaliação do aspeto visual do produto verificou-se que, **não existiram alterações significativas** do efeito metalizado entre os revestimentos de tinta em pó resultantes dos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente.

4.2.3. Revestimentos com plaquetas de alumínio de 10 μm

De seguida, visto não ter sido observado o efeito de sinterização para as amostras analisados, foram realizados ensaios de sinterização com pigmentos de alumínio de menores dimensões, **10 μm** . Foram utilizados pigmentos de alumínio de menor dimensão com o intuito de compreender se a dimensão das partículas funcionais era determinante para a eficiência do processo de sinterização. Para os produtos com plaquetas de alumínio de 10 μm foram analisados os resultados obtidos para os métodos de caracterização referentes à resistência química, e à reciclabilidade do produto. No Apêndice 5 são apresentados os resultados obtidos para o teste Martindale. Os resultados obtidos do teste de resistência à argamassa alcalina, e do teste de resistência ao NaOH, apresentam-se na Tabela 12.

Tabela 12. Avaliação da resistência química dos revestimentos de tinta em pó.

	Resistência à argamassa	Resistência ao NaOH
Ensaio 15	1	2
Ensaio 16	3	3
Ensaio 17	2	2
Ensaio 18	2	2
Ensaio 19	1	1
Mistura seca	1	0

Os resultados apresentados na Tabela 12, obtidos para os dois testes de resistência química efetuados, foram concordantes entre si. O ensaio de mistura seca obteve o melhor resultado para o teste de resistência ao NaOH. Para os ensaios de sinterização realizados, o ensaio que obteve um melhor resultado foi o ensaio 19, ensaio com **aumento da duração do ciclo de sinterização**. Este resultado **não foi concordante** com os resultados obtidos anteriormente para os produtos com pigmentos de alumínio de maior dimensão (34 e 54 μm).

De seguida, avaliou-se a qualidade da fração reciclada do produto. Visto a perda do efeito metalizado se ter verificado bastante acentuada na 1^o passagem no ciclone, não foi realizada a 2^a passagem no ciclone. Os resultados obtidos para o processo de reciclagem dos revestimentos de tinta em pó, apresentam-se na Tabela 13:

Tabela 13. Avaliação da fração reciclada dos revestimentos de tinta em pó

	1 ^o passagem no ciclone
Ensaio 15	3
Ensaio 16	2
Ensaio 17	3
Ensaio 18	3
Ensaio 19	2
Mistura seca	4

Os resultados apresentados na Tabela 13, obtidos para os produtos resultantes dos ensaios de sinterização e para o produto resultante de mistura seca, não foram concordantes com o esperado. Os ensaios que apresentaram o **melhor resultado**, valor 2, foram os ensaios **16 e 19**. Tal como era esperado, o produto resultante de mistura seca obteve o **pioor resultado**. O ensaio 19 corresponde ao ensaio com **aumento da duração** do ciclo de sinterização para 250 s, e o ensaio 16 corresponde ao ensaio da **subida da temperatura (+1 °C)**. Para partículas de menor dimensão existe uma maior propensão para a sua aglomeração. Para além disto, estas possuem uma menor inércia e uma maior densidade de carga. Na aplicação electrostática do revestimento de tinta em pó, isto traduz-se numa maior dificuldade na deposição das partículas no substrato metálico.[46] Deste modo, era expeável que para os revestimentos de tinta em pó com alumínios de dimensão 10 µm, a **perda das partículas metálicas** durante o processo de reciclagem fosse **mais acentuada**.

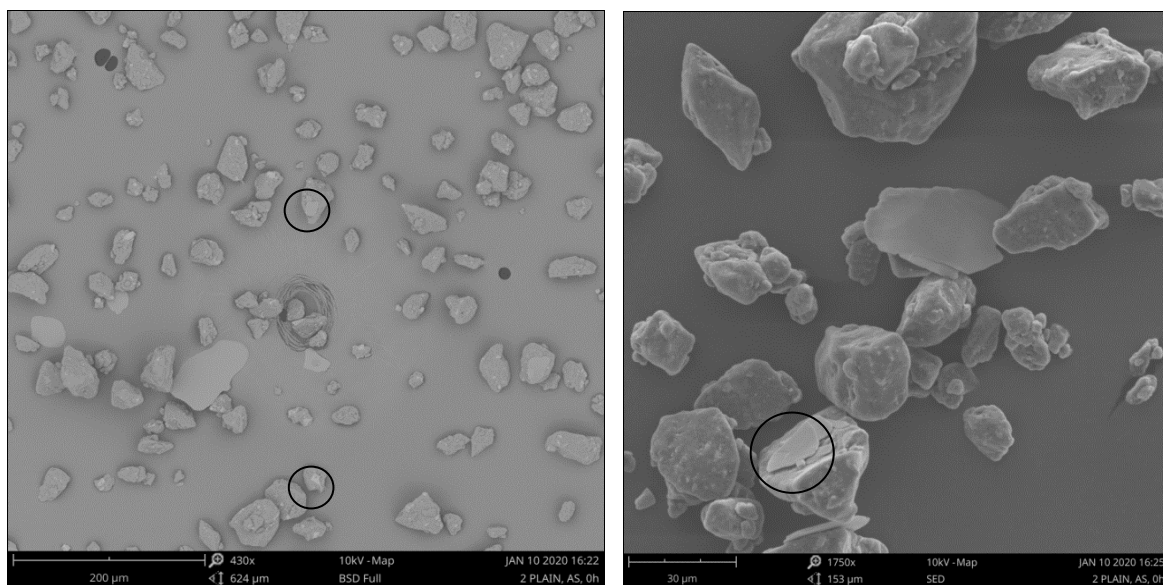
Efeito metalizado do produto

Os revestimentos de tinta em pó metalizados, resultantes dos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente, **não apresentaram diferenças** significativas entre o aspeto visual do produto. Para o produto resultante do ensaio de mistura seca **existiu a perda do efeito metalizado**, quando comparado com o produto resultante do ensaio de sinterização padrão.

Análise morfológica e elementar

Procedeu-se à análise de microscopia eletrónica dos revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio, com dimensão média de 10 µm, obtidos laboratorialmente. Em paralelo, analisou-se um produto industrial de sinterização com pigmentos de alumínio de **34 µm**, para posterior comparação com o produto de sinterização obtido laboratorialmente com a mesma constituição. O equipamento utilizado para a microscopia eletrónica, foi o Phenom XL.

Na Figura 16 apresentam-se as imagens obtidas para a amostra do revestimento de tinta em pó com pigmentos de alumínio de **34 µm** produzido na unidade industrial.



a)

b)

Fig 16. Revestimento de tinta em pó com alumínios de $34\ \mu\text{m}$ obtido industrialmente pelo método de sinterização.

Analisando as Figuras 13 e 16, pode verificar-se que o mesmo produto obtido pelo método de sinterização laboratorial ou industrial, apresenta diferenças significativas. Para o produto industrial (Figura 16), as partículas de alumínio aparentam ter uma **menor** dimensão que as partículas de alumínio do produto laboratorial (Figura 13). A distribuição de tamanhos das partículas poliméricas compósitas - base do revestimento de tinta em pó aparenta ser mais uniforme no produto industrial, do que no produto laboratorial. Analisando a Figura 16 observou-se a sinterização de algumas partículas de alumínio nas partículas poliméricas compósitas (destacadas na figura com um círculo). Os equipamentos de sinterização utilizados a nível industrial e a nível laboratorial são semelhantes (imagens do equipamento industrial no Apêndice 10). Já em termos processuais, o método de sinterização industrial e laboratorial, apresentam um sistema de arrefecimento diferente. No processo industrial o controlo da corrente de água fria é realizado no programa informático, com uma escala de resolução $1\ ^\circ\text{C}$. Já para o processo laboratorial a corrente de arrefecimento é controlada manualmente. A corrente de arrefecimento é ainda condicionada pela utilização da água na unidade industrial de produtos metalizados. Deste modo o controlo da temperatura no tanque de sinterização laboratorial, torna-se difícil e impreciso, devido às várias condicionantes apresentadas. Por esta razão na maioria dos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente, **não foi possível atingir a temperatura**, imposta no programa informático *a priori*, para o início do ciclo de sinterização. Para os ensaios de sinterização com aumento da duração do ciclo de sinterização, o controlo da temperatura durante o mesmo, verificou-se ser bastante difícil. Durante o ciclo de

sinterização a partir de uma certa temperatura (acima da T_g da base do revestimento de tinta em pó) as partículas poliméricas compósitas começam a aglomerar-se, e consequentemente depositam-se junto das paredes do tanque de mistura.

Na Figura 17 são apresentadas algumas imagens obtidas pelo equipamento de microscopia eletrónica para os revestimentos de tinta em pó com plaquetas de **alumínio de 10 μm** . No Apêndice 9 são apresentadas as restantes imagens obtidas para os revestimentos de tinta em pó com plaquetas de **alumínio de 10 μm** resultantes dos ensaios de sinterização realizados laboratorialmente.

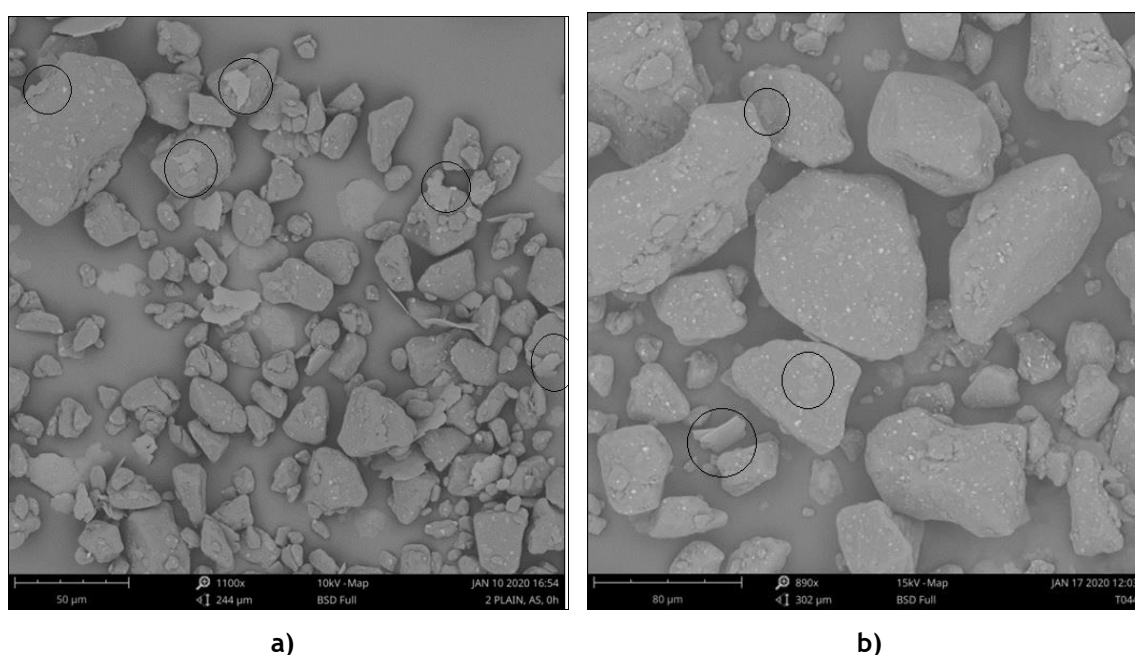


Fig 17. Ensaios de sinterização com alumínios de 10 μm a) condições padrão; b) aumento da duração do ciclo de sinterização.

Foi possível verificar o efeito de sinterização para algumas partículas de alumínio, ilustrado pelas zonas delineadas com um círculo na Figura 17. Pode concluir-se, em comparação com os ensaios realizados com alumínios de dimensão 34 μm (Figura 13), que a **dimensão das partículas de efeito** é determinante para um **efeito de sinterização eficiente**. Para ambos os ensaios de sinterização, Figura 17, as partículas de alumínio são difíceis de observar na imagem de microscopia eletrónica. Era espectável que, para o ensaio do aumento do ciclo de sinterização, a adesão das partículas metálicas na matriz polimérica fosse otimizada. De acordo com a Figura 17, e em complementaridade com o estudo da análise elementar realizada nas partículas poliméricas compósitas (espetros apresentados no Apêndice 10), tal facto **não foi verificado**. Para o **ensaio do aumento do ciclo de sinterização** - b) na Figura 17, observou-se que as partículas da matriz polimérica apresentavam-se **mais boleadas**, do que para o **ensaio de sinterização nas condições padrão** - a) na Figura 17. Verificou-se

ainda, **uma maior** fração de partículas poliméricas compósitas - base do revestimento de tinta em pó, com uma dimensão média **menor do que a de referência**, para o ensaio de sinterização **nas condições padrão**. Visto o ciclo de sinterização ocorrer na zona de temperatura de transição vítrea das partículas poliméricas compósitas, a maior duração do ciclo de sinterização possibilita a sua agregação. Na aplicação eletrostática, a deposição das partículas no substrato metálico depende das forças eletrostáticas e das forças aerodinâmicas.[47] As partículas de poliméricas compósitas boleadas são transportadas no ar com maior facilidade. Como as partículas metálicas se encontram incorporadas na superfície das partículas poliméricas, a sua deposição no substrato metálico ocorre simultaneamente com a partícula polimérica compósita. Verificou-se que, um **aumento da duração do ciclo de sinterização** se traduz numa **menor perda do efeito metalizado** na fração reciclada do produto. Deste modo, as diferenças morfológicas apresentadas poderão justificar as divergências encontradas para a qualidade da fração reciclada do produto.

Análise da morfologia das partículas poliméricas compósitas

Para uma melhor percepção do impacto do processo de sinterização nas partículas da matriz polimérica, realizou-se um ensaio alimentando o equipamento de sinterização unicamente com partículas poliméricas compósitas. Recorreu-se à microscopia eletrónica para comparar a morfologia das partículas da base do revestimento de tinta em pó (partículas poliméricas compósitas) com as mesmas partículas após o processo de sinterização. Denominou-se a base do revestimento de tinta em pó sem tratamento como “B1”, e a base sujeita ao ensaio de sinterização como “B2”. Apresentam-se na Figura 18 as imagens obtidas pelo equipamento de microscopia eletrónica.

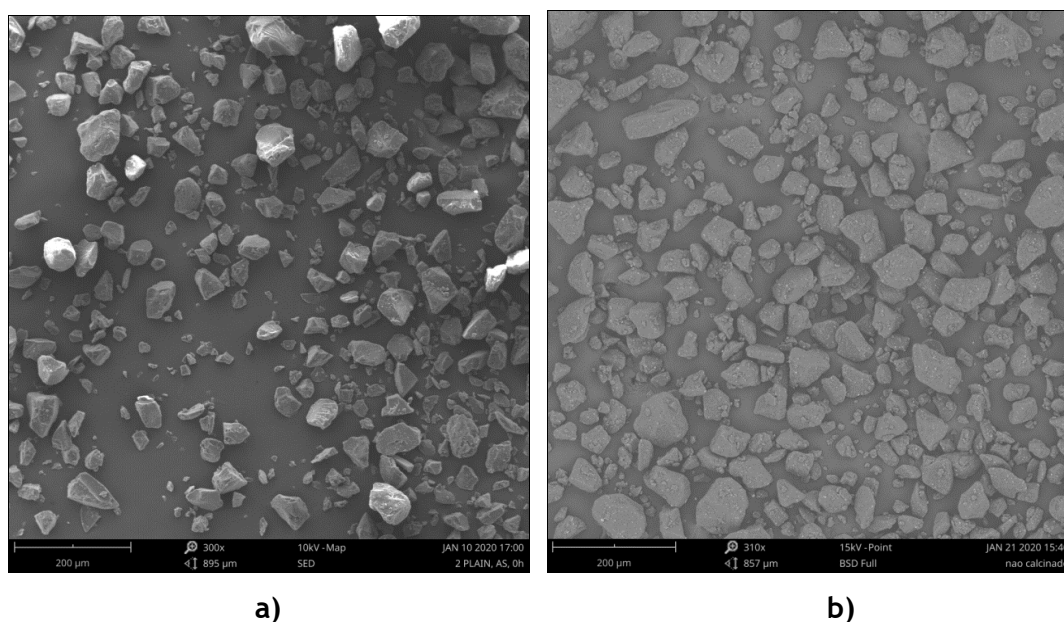


Fig 18. Base do revestimento de tinta em pó a) B1; b) B2.

É perceptível observar na Figura 18 uma agregação das partículas de menor dimensão, na superfície das partículas de maior dimensão, para a base submetida ao ensaio de sinterização (B2). Quando comparadas as partículas de B1 e B2, é possível verificar um **menor boleamento das partículas em B1**. Foi realizada uma análise da distribuição de tamanhos das partículas para uma amostra de B1, e B2. Utilizou-se um analisador de tamanho de partícula por difração a laser. Os resultados obtidos da análise de tamanho das partículas são apresentados no Apêndice 12. De acordo com o esperado, o tamanho médio das partículas para B1 é **inferior** ao tamanho médio das partícula para B2. A fração de partículas com uma **dimensão menor a 10 µm** em B1 (5,39 %) é superior à fração de partículas com uma **dimensão menor a 10 µm** em B2 (2,71 %).

4.3. Estudo dos revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno

Em complementaridade com o estudo do processo de sinterização, para revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado, foi estudada a produção de revestimentos de tinta em pó com grafeno, pelo mesmo método. Os resultados obtidos para os métodos de caracterização utilizados - teste Martindale e teste de resistência à agulha, são apresentados no Apêndice 6. Para ambos os testes de resistência física, Martindale e resistência à agulha, os resultados obtidos foram bastante promissores.

Para o teste **Martindale** o produto resultante do ensaio de sinterização foi o que apresentou uma **maior** resistência à abrasão física. O produto resultante do ensaio de sinterização obteve um melhor resultado que o produto resultante do ensaio de mistura seca. Para o teste de resistência à agulha, os revestimentos de tinta em pó com grafeno, obtidos pelos métodos de sinterização e mistura seca, obtiveram um melhor resultado quando comparado com a base do revestimento de tinta em pó. O revestimento de tinta em pó com grafeno resultante do ensaio de mistura seca apresentou a **maior resistência física** à agulha.

5. Conclusão

A presente dissertação teve como objetivo principal o estudo e otimização do processo de sinterização para revestimentos de tintas em pó com efeito metalizado. Estudou-se o processo para a produção de revestimentos de tinta em pó com micas e com plaquetas de alumínio. Dados os revestimentos de tintas em pó metalizados com plaquetas de alumínio apresentarem uma maior sensibilidade ao processo, este estudo focou-se essencialmente neste produto. Ambicionava obter-se um produto metalizado com uma maior resistência química e maior reciclabilidade, mantendo o aspeto visual da tinta final. O melhoramento da resistência química do produto prende-se essencialmente com a estabilidade da tinta no exterior. A melhor reciclabilidade traduz-se numa vantagem técnica e económica para o aplicador.

Foram estudadas as variáveis operatórias de sinterização temperatura de abertura, duração do ciclo de sinterização, velocidade do rotor da unidade de sinterização e momento de alimentação da partícula. Realizaram-se 23 ensaios laboratoriais em que se alteraram sistematicamente as variáveis operatórias de sinterização para produtos metalizados com micas e alumínios. No caso do aumento da duração do ciclo de sinterização, verificou-se que era necessário, em simultâneo, reduzir a velocidade de rotor e aumentar a temperatura de operação. Relativamente à variável operatória velocidade do rotor da unidade de sinterização foi estudada a sua redução.

Para todos os produtos resultantes dos ensaios realizados com a **diminuição da velocidade** do rotor da unidade de sinterização, excetuando os produtos metalizados com alumínios de 10 µm, verificou-se **uma melhoria na resistência química**. Para os produtos resultantes dos ensaios realizados **com aumento da duração do ciclo** de sinterização, excetuando os produtos metalizados com alumínios de 10 µm, verificou-se **uma melhoria na qualidade da fração reciclada do produto**. Os revestimentos de tinta em pó incorporando plaquetas de alumínio de 10 µm apresentaram resultados discordantes dos restantes produtos obtidos. Dado a sensibilidade do produto às condições operatórias e dado o equipamento permitir apenas o seu controlo grosseiro, não foi possível a otimização do processo de fabrico das tintas em pó com efeito metalizado. Foi possível concluir, através das análises SEM, que o tamanho da partícula funcional é determinante para a eficiência do processo de sinterização.

A Figura 19 resume as conclusões principais do projeto, relativamente à otimização de revestimentos de tinta em pó funcionalizados com plaquetas de alumínio:

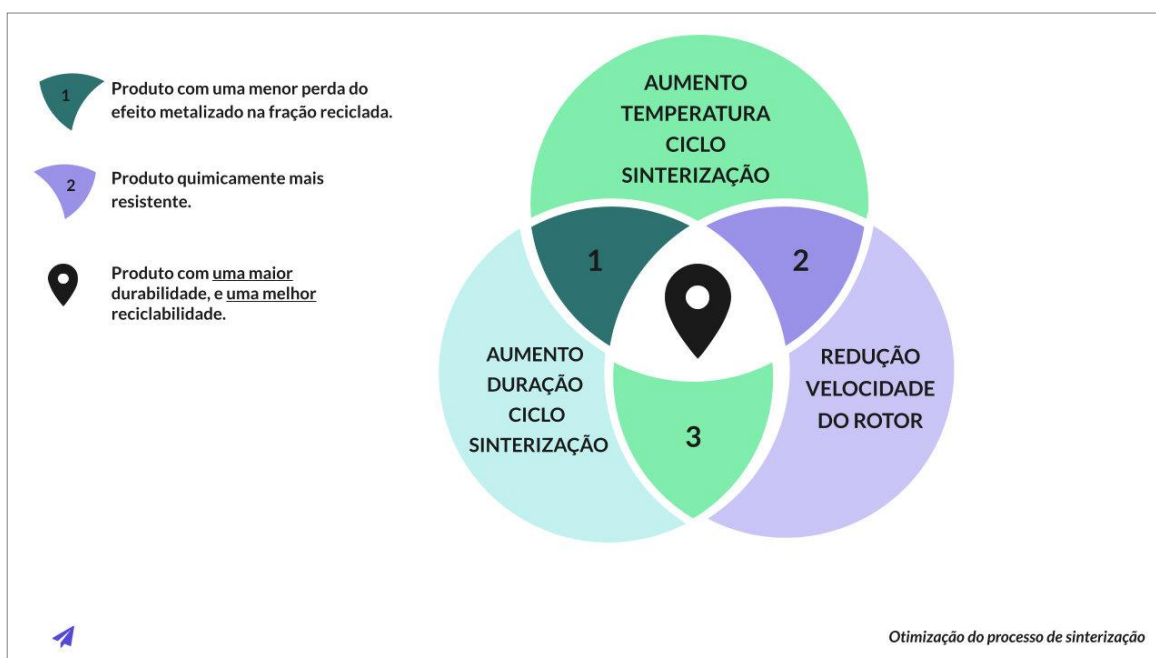


Fig 19. Diagrama ilustrativo da otimização do processo de sinterização para revestimentos de tinta em pó com pigmentos de alumínio.

Para a futura continuidade do trabalho realizado, será importante restringir o equipamento laboratorial de forma a permitir um controlo mais preciso das variáveis operatórias. Em paralelo, será importante testar na unidade de sinterização industrial as hipóteses estudadas para os ensaios de sinterização realizados laboratorialmente. Para o estudo realizado na produção de revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno pelo método de sinterização, os resultados obtidos foram bastante promissores. Neste sentido, e dada a intenção da empresa, CIN Industrial Coatings, em alargar o espetro da utilização do equipamento industrial de sinterização, será importante dar continuidade ao estudo para as partículas de grafeno, e outras partículas.

6. Avaliação do trabalho realizado

6.1. Objetivos Realizados

O presente trabalho tinha como objetivo otimizar as condições de sinterização para produtos de tinta em pó metalizados. A otimização pretendia encontrar o melhor equilíbrio entre a incorporação das partículas funcionais na matriz polimérica e a durabilidade do produto no exterior, sem comprometer o aspeto visual do mesmo. O objetivo foi parcialmente alcançado.

6.2. Outros Trabalhos Realizados

Em paralelo, foi realizado um pequeno estudo sobre a possibilidade de produção de revestimentos de tinta em pó com outras partículas, que não funcionais, pelo método de sinterização. Realizaram-se apenas dois ensaios laboratoriais de sinterização. Os produtos obtidos foram submetidos a dois métodos de caracterização. Os resultados dos métodos de avaliação foram positivos e promissores.

6.3. Apreciação Final

O trabalho desenvolvido possibilitou evidenciar a relevância da otimização de um processo a nível industrial. Devido às limitações temporais da dissertação e ao elevado número de condicionantes ao processo, não foi possível atingir os resultados esperados. Apesar disto, e visto a empresa ambicionar produtos inovadores, o estudo contribuiu para o maior conhecimento do processo, possibilitando o desenvolvimento do mesmo para diferentes fins.

A nível pessoal, este trabalho permitiu à autora a experiência e contato com o meio empresarial, na área de engenharia. Para além disso, permitiu-lhe adquirir ferramentas, nomeadamente uma formação em microscopia eletrónica de varrimento, que poderá ser importante para o futuro trabalho em engenharia.

7. Referências

- [1] P. G. de Lange, *Powder Coatings Chemistry and Technology*, 2nd ed. 2004.
- [2] “A History of Powder Coatings.” [Online]. Available: <https://www.pcimag.com/articles/93678-a-history-of-powder-coatings>.
- [3] “Thermoplastic vs. Thermoset Powder Coating.” [Online]. Available: <https://www.polyethylenepowder.com/technology/powder-coating.html>.
- [4] “Powder Coating: Thermoplastics vs. Thermosetting - Powder Coat Chicago - Powder Coating - S&B Finishing.” [Online]. Available: <https://www.powdercoatchicago.com/powder-coating-thermoplastics-vs-thermosetting/>.
- [5] A. P. José, S. Silva; Mestre, Ana S.; Silva, Susana P.; Cardoso, Ana S.; Rebelo, Helena; Carvalho, “Remoção de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos em águas utilizando subprodutos da indústria da cortiça,” *Inst. Doutor Ricardo Jorge*, pp. 44-48, 2016.
- [6] V. Homem, “Product chemistry and technology,” *Fac. Eng. da Univ. do Porto*, pp. 16-34, 2017.
- [7] “MEGADUR ARQUITECTURA.” [Online] Available: <http://www.cin-industrial.com/portaIind/attachs.pdf?CONTENTITEMOID=D38B8080805780GC&CLASSTOKEN=efeitos&ATTRIBUTEID=ficheiro>.
- [8] “TECNOLOGIA MEGABOND” [Online]. Available: http://www.cin-industrial.com/portaIind/pdf/MEGABOND_PT.pdf.
- [9] B. Carl and S. Brook, “United States patent 5,470,893,” *Geothermics*, vol. 14, no. 4, pp. 595-599, 1985.
- [10] “CIN INDUSTRIAL COATINGS.” [Online]. Available: <http://www.cin-industrial.com/portaIind/portaI/user/anon/page/scpsobrenos.psml?categoryOID=72828080808680GC&contentid=BC82808080CO&nl=pt>.
- [11] “Cin Industrial Coatings - mercado.” [Online]. Available: <http://www.cin-industrial.com/portaIind/portaI/user/anon/page/scpmercadosintro.psml?categoryOID=62828080808980GC&contentid=938A808880CO&nl=pt>
- [12] “CIN Corporativo.” [Online]. Available: <http://www.cin-industrial.com/portaIind/attachs.pdf?CONTENTITEMOID=D38B8080805780GC&CLASSTOKEN=efeitos&ATTRIBUTEID=ficheiro>.
- [13] “Wolstenholme Bronze Powders - Graces Guide.” [Online]. Available: https://www.gracesguide.co.uk/Wolstenholme_Bronze_Powders.
- [14] M. K. Gunde *et al.*, “Microstructure analysis of metal-effect coatings,” *Surf. Coatings Int. Part B Coatings Int.*, vol. 85, no. 2, pp. 115-121, 2002.
- [15] “What is Mica?” [Online]. Available: https://www.ima-europe.eu/sites/ima-europe.eu/files/publications/MICA_An-WEB-2011.pdf.
- [16] “Amethyst Galleries - THE MICA GROUP.” [Online]. Available: http://www.galleries.com/Mica_Group.
- [17] V. Štengl, J. Šubrt, S. Bakardjieva, A. Kalendova, and P. Kalenda, “The preparation and characteristics of pigments based on mica coated with metal oxides,” *Dye. Pigment.*, vol. 58, no. 3, pp. 239-244, 2003.
- [18] F. J. Maile, G. Pfaff, and P. Reynders, “Effect pigments - Past, present and future,” *Progress in Organic Coatings*, vol. 54, no. 3. pp. 150-163, 01-Nov-2005.

- [19] “Mica | Minerals Education Coalition.” [Online]. Available: <https://web.archive.org/web/20150116040959/http://www.mineralseducationcoalition.org/minerals/mica>.
- [20] “Wayback Machine.” [Online]. Available: <https://web.archive.org/web/20120509185835/http://scifun.chem.wisc.edu/chemweek/PDF/Aluminum.pdf>.
- [21] “Historical Statistics for Mineral and Material Commodities in the United States.” [Online]. Available: <https://www.usgs.gov/centers/nmic/historical-statistics-mineral-and-material-commodities-united-states>.
- [22] E. L. McMahan, R. I. Wray, and J. D. Edwards, “Leafing of Aluminum Pigments,” *Ind. Eng. Chem.*, vol. 31, no. 6, pp. 729-733, 1939.
- [23] “Metallic and Pearlescent Effect Pigments for Powder Coatings” [Online]. Available: https://www.eckart.com.cn/fileadmin/eckart/Service/brochures_2017/17-0760_ECKART_BR_CA_Pulverlack_EffectPigments_D-GB_v7_WEB_1.pdf
- [24] Y. Zhang, H. Ye, H. Liu, and K. Han, “Preparation and characterisation of aluminium pigments coated with silica for corrosion protection,” *Corros. Sci.*, vol. 53, no. 5, pp. 1694-1699, 2011.
- [25] “Discovery of graphene - Graphene - The University of Manchester.” [Online]. Available: <https://www.graphene.manchester.ac.uk/learn/discovery-of-graphene/>.
- [26] “(No Title).” [Online]. Available: <https://www.aps.org/publications/apsnews/200910/loader.cfm?csModule=security/getfile&pageid=187967>.
- [27] “Graphene properties (A Complete Reference).” [Online]. Available: <http://www.graphene-battery.net/graphene-properties.htm>.
- [28] “Graphite | Minerals Education Coalition.” [Online]. Available: <https://mineralseducationcoalition.org/minerals-database/graphite/>.
- [29] “carbon | Facts, Uses, & Properties | Britannica.” [Online]. Available: <https://www.britannica.com/science/carbon-chemical-element>.
- [30] “Diamond Market Size, Share | Global Industry Trends Report, 2019-2030.” [Online]. Available: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/diamond-market>.
- [31] “Since silicon is similar to carbon in properties, is there a silicon equivalent for diamonds? - Quora.” [Online]. Available: <https://www.quora.com/Since-silicon-is-similar-to-carbon-in-properties-is-there-a-silicon-equivalent-for-diamonds>.
- [32] “Laboratory mixer / Zeppelin Systems.” [Online]. Available: <https://www.zeppelin-systems.com/en/products-solutions/mixers/laboratory-mixer.html>.
- [33] “As Zonas-ATMOSFERAS EXPLOSIVAS.” [Online]. Available: http://www.asconumatics.eu/images/site/upload/_pt/pdf1/00129pt.pdf.
- [34] “Pigments for Coatings - ECKART Effect Pigments.” [Online]. Available: <https://www.eckart.net/markets/coatings.html>.
- [35] “Metallic Powder Coatings Metallic Pulverlacke Come close and go far.”
- [36] M. K. Gunde, M. Kunaver, A. Hrovat, and U. Cvelbar, “Bonding process efficiency and Al-flake orientation during the curing of powder coatings,” *Prog. Org. Coatings*, vol. 54, no. 2, pp. 113-119, Oct. 2005.
- [37] “Powder Coating Advanced - Application.” [Online]. Available:

- https://www.coatings.org.uk/Sectors/Powder_Coating_Advanced.aspx#spray.
- [38] "Corona Guns" [Online]. Available: <https://www.protechpowder.com/good2know/good2know27102015.pdf>.
- [39] "Selecting a Powder Coating Gun (Tribo vs Corona Style)." [Online]. Available: <https://pittsburghsprayequip.com/blogs/pittsburgh-spray-equipment-company/selecting-powder-coating-gun-tribo-vs-corona-style>.
- [40] "Air Pollution Control Technology Fact Sheet EPA-CICA Fact Sheet Cyclones 1."
- [41] "Cyclone separator - Energy Education." [Online]. Available: https://energyeducation.ca/encyclopedia/Cyclone_separator.
- [42] "James Heal Launches Martindale 1300 Series; on Show at ITMA Asia | Textiles Update." [Online]. Available: <http://textilesupdate.com/james-heal-launches-martindale-1300-series-on-show-at-itma-asia>.
- [43] "ISO - ISO 1518-1:2019 - Paints and varnishes – Determination of scratch resistance – Part 1: Constant-loading method." [Online]. Available: <https://www.iso.org/standard/73853.html>.
- [44] "PARA A MARCA DE QUALIDADE LÍQUIDAS OU EM PÓ DO ALUMÍNIO DESTINADO A," 2017. [Online]. Available: <https://www.qualicoat.net/main/home.html>
- [45] "Norma NP EN ISO 4628." [Online]. Available: <http://www.cin-protective.com/portal/attachs.pdf?CONTENTITEMOID=6B828080800D80GC&CLASSTOKEN=scpdescriaocategoria&ATTRIBUTEID=ficheiro>.
- [46] A. G. Bailey, "The science and technology of electrostatic powder spraying, transport and coating," *J. Electrostat.*, vol. 45, no. 2, pp. 85-120, Dec. 1998.
- [47] Q. Ye, T. Steigleder, A. Scheibe, and J. Domnick, "Numerical simulation of the electrostatic powder coating process with a corona spray gun," *J. Electrostat.*, vol. 54, no. 2, pp. 189-205, Feb. 2002.

Apêndice 1 - Ensaios de sinterização para a produção dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com alumínio

Tabela A1 1. Condições processuais para os ensaios laboratoriais de sinterização realizados com pigmentos alumínio com 34 μm .

	Tabertura (°C)	Velocidade de rotor (rpm)	Duração do ciclo de sinterização (s)	Alimentação da partícula com efeito
Ensaio 1*	63	2241	30	fim
Ensaio 4	64	2357	30	fim
Ensaio 5	64	1502	30	fim
Ensaio 6	64	1798	150	fim
Ensaio 7	64	1800	240	fim

* ensaio realizado com as condições padrão para a base do revestimento em pó.

O ensaio 2 e o ensaio 3 não foram considerados válidos pelo que, não se apresentam na Tabela A1 1. Para o ensaio 2 ocorreu uma subida brusca da temperatura do tanque (7 °C/min) sendo que foi necessário parar de imediato o processo de sinterização por questões de segurança. Para o ensaio 3 verificou-se uma descida brusca da temperatura do tanque durante o ciclo de sinterização (10 °C).

Tabela A1 2. Condições processuais para os ensaios laboratoriais de sinterização realizados com pigmentos alumínio com 54 μm .

	Tabertura (°C)	Velocidade de rotor (rpm)	Duração do ciclo de sinterização (s)	Alimentação da partícula com efeito
Ensaio 10	63	2420	30	fim
Ensaio 11	64	2385	30	fim
Ensaio 12	64	1707	30	fim
Ensaio 13	64	1728	150	fim
Ensaio 14	64	1652	240	fim

Tabela A1 3. Condições processuais para os ensaios laboratoriais de sinterização realizados com pigmentos alumínio com 10 µm.

	Tabertura (°C)	Velocidade de rotor (rpm)	Duração do ciclo de sinterização (s)	Alimentação da partícula com efeito
Ensaio 15*	63	2489	30	fim
Ensaio 16	64	2444	30	fim
Ensaio 17	64	1648	30	fim
Ensaio 18	-	-	150	fim
Ensaio 19	64	1640	240	fim

* ensaio realizado com as condições padrão para a base do revestimento em pó.

O ensaio 16 não foi considerado válido visto durante o ciclo de sinterização ter ocorrido uma descida brusca da temperatura (10 °C), no tanque de sinterização.

Apêndice 2 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com micas

Tabela A2 1. Resultados do teste resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: brilho medido.

Tempo exposição (h)	Brilho (ISO 2813)		
	0	168	304
Ensaio 1	24	20,5	11
Ensaio 2	25	22,2	11,9
Ensaio 3	22	19,6	10,1
Ensaio 4	25	22,1	11,6
Ensaio mistura seca	25	22,1	16,9
Base do revestimento	23	17,9	12,9

Segundo a norma ISO 2813 para revestimentos de classe 1, a **retenção de brilho** deve ser igual ou superior a 50%. A retenção de brilho foi calculada segundo a seguinte equação:

$$\text{retenção de brilho} = \frac{\text{valor do brilho medido após ensaio}}{\text{valor do brilho inicial}} \times 100 \quad (1)$$

Tabela A2 2. Resultados do teste resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: retenção de brilho calculada.

	Retenção de brilho (%)
Ensaio 1	45,8
Ensaio 2	47,6
Ensaio 3	45,9
Ensaio 4	46,4
Ensaio mistura seca	67,6
Base do revestimento	56,1

Os resultados obtidos, apresentados na Tabela A2 2, estão de acordo com o esperado.

Tabela A2 3. Resultados do teste resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: alteração da cor medida.

Tempo exposição (h)	Diferença de cor CIELab (EN ISO 11664-4)		
	0	168	304
Ensaio 1	x	1,02	1,99
Ensaio 2	x	0,89	2,31
Ensaio 3	x	0,92	1,80
Ensaio 4	x	0,70	1,33
Ensaio mistura seca	x	0,49	1,35
Base do revestimento	x	0,91	0,87

Segundo a norma ISO 11664-4 a diferença que de cor tem que ser **menor que 2**. O produto resultante do ensaio 2 ultrapassada o valor permitido - resultado apresentado na Tabela A2 3. Os restantes produtos obtiveram resultados de acordo com o esperado.

Tabela A2 4. Resultados do teste Martindale.

	Retenção de brilho (%)		
	Posição 1	Posição 2	Média
Ensaio 1	76	76	76
Ensaio 2	69	60	64
Ensaio 3	72	66	69
Ensaio 4	79	78	79
Ensaio mistura seca	70	70	70
Base do revestimento	62	58	60

A retenção de brilho foi calculada segundo a equação (1). Para aprovação do teste Martindale segundo a norma DIN CEN TS 16611, a **retenção de brilho** obtida tem que ser **igual, ou superior a 60%**, para revestimentos de tinta em pó com espessuras médias entre 60 a 90 μm . **Todos os resultados obtidos, apresentados na Tabela A2 4, obtiveram um valor igual, ou superior a 60%.**

Tabela A2 4. Resultados do teste resistência à câmara de nevoeiro salino.

Tempo exposição (h)	Corrosão generalizada (ISO 4628-3)			Corrosão no corte (ISO 4628-8), mm			Corrosão nas arestas (ISO 4628-1)			Empolamento generalizado (ISO 4628-2)			Delaminação no corte (ISO 4628-8), mm		
	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000
Ensaio 1	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 2	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 3	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 4	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Mistura seca	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Base do revestimento	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0

Todos os resultados apresentam-se dentro do conforme.

Tabela A2 5. Resultados do teste resistência à câmara de humidade.

Tempo exposição (h)	Corrosão generalizada (ISO 4628-3)			Corrosão no corte (ISO 4628-8), mm			Corrosão nas arestas (ISO 4628-1)			Empolamento generalizado (ISO 4628-2)			Delaminação no corte (ISO 4628-8), mm		
	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000
Ensaio 1	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 2	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 3	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 4	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Mistura seca	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Base do revestimento	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0

Todos os resultados apresentam-se dentro do conforme.

Apêndice 3 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de alumínio de 34 µm

Tabela A3 1. Resultados do teste Martindale

	Retenção de brilho %
Ensaio 1	46
Ensaio 4	78
Ensaio 5	54
Ensaio 6	57
Ensaio 7	40
Mistura seca	49
Base do revestimento	36

Foi posteriormente verificado que, os discos abrasivos utilizados na realização do teste ultrapassaram o seu ciclo de vida. Desta forma os resultados apresentados na Tabela A3 não foram considerados válidos. Não foi possível repetir o ensaio, por falta de material necessário ao ensaio. Na eventualidade da continuação do estudo, é recomendado repetir o teste Martindale.

Tabela A3 2. Resultados do teste Resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: brilho medido.

Tempo exposição (h)	Brilho (ISO 2813)		
	0	168	304
Ensaio 1	101	95,7	74,3
Ensaio 2	101	93,9	66,7
Ensaio 3	101	93,7	69,3
Ensaio 4	101	93,3	75,7
Mistura seca	91	82,1	84,2
Base do revestimento	98	88,7	75,7

Segundo a norma qualicoat para revestimentos de classe 1, a **retenção de brilho** deve ser igual ou superior a 50%. A retenção de brilho foi calculada segundo a equação (1).

Tabela A3 3. Resultados do teste Resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: retenção de brilho calculada.

	Retenção de brilho (%)
Ensaio 1	73,6
Ensaio 2	66,0
Ensaio 3	68,6
Ensaio 4	75,0
Mistura seca	85,9
Base do revestimento	83,2

Tabela A3 4. Resultados do teste Resistência ao envelhecimento acelerado: QUV-B - GSB: alteração da cor medida.

Tempo exposição (h)	Diferença de cor CIELab (EN ISO 11664-4)		
	0	168	304
Ensaio 1	x	0,7	0,86
Ensaio 2	x	0,72	0,78
Ensaio 3	x	1,24	0,88
Ensaio 4	x	1,13	1,02
Ensaio Mistura seca	x	0,42	0,86
Base do revestimento	x	2,58	2,56

Segundo a norma ISO 11664-4 a diferença de cor tem que ser **menor que 2**. A amostra analisada para a base do revestimento de tinta em pó ultrapassada o valor permitido - valor do resultado apresentado na Tabela A2 3. Os restantes produtos obtiveram resultados de acordo com o esperado.

Tabela A3 5. Resultados do teste resistência à câmara de nevoeiro salino.

Tempo exposição (h)	Corrosão generalizada (ISO 4628-3)			Corrosão no corte (ISO 4628-8), mm			Corrosão nas arestas (ISO 4628-1)			Empolamento generalizado (ISO 4628-2)			Delaminação no corte (ISO 4628-8), mm		
	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000
Ensaio 1	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 2	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 3	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Ensaio 4	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Mistura seca	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0
Base do revestimento	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	0	0	0	0	0

Todos os resultados apresentam-se dentro do conforme.

Tabela A3 6. Resultados do teste resistência à câmara de humidade.

Tempo exposição (h)	Corrosão generalizada (ISO 4628-3)			Corrosão no corte (ISO 4628-8), mm			Corrosão nas arestas (ISO 4628-1)			Empolamento generalizado (ISO 4628-2)			Delaminação no corte (ISO 4628-8), mm		
	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000	315	624	1000
Ensaio 1	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	1(S2)	2(S2)	0	0	0
Ensaio 2	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	2(S2)	2(S2)	0	0	0
Ensaio 3	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	2(S2)	2(S2)	0	0	0
Ensaio 4	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	1(S2)	1(S2)	0	0	0
Mistura seca	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	2(S2)	2(S3)	0	0	0
Base do revestimento	Ri 0	Ri 0	Ri 0	0	0	0	KR 0	KR 0	KR 0	0	2(S2)	2(S2)	0	0	0

Para o empolamento generalizado, em conformidade com a norma ISO 4628-2, o resultado não pode exceder 2(S2). O ensaio de mistura seca apresenta um resultado de 2(S3). Todos os restantes resultados apresentam-se dentro do conforme.

Apêndice 4 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de alumínio de 54 µm

Tabela A4 1. Resultados do teste Martindale.

	Retenção de brilho %
Ensaio 10	42
Ensaio 11	42
Ensaio 12	45
Ensaio 13	44
Ensaio 14	44
Mistura seca	39
Base do revestimento	36

Foi posteriormente verificado que, os discos abrasivos utilizados na realização do teste ultrapassaram o seu ciclo de vida. Desta forma os resultados apresentados na Tabela A3 não foram considerados válidos. Não foi possível repetir o ensaio, por falta de material necessário ao ensaio. Na eventualidade da continuação do estudo, é recomendado repetir o teste Martindale.

Tabela A4 2. Resultados obtidos para os testes de resistência química.

	Resistência à argamassa	Resistência ao NaOH
Ensaio 10	3	3
Ensaio 11	4	3
Ensaio 12	1	0
Ensaio 13	3	1
Ensaio 14	3	1
Mistura seca	1	1

Tabela A4 3. Avaliação da qualidade da fração reciclada.

	1ª passagem no ciclone	2ª passagem no ciclone
Ensaio 10	2	3
Ensaio 11	2	4
Ensaio 12	2	3
Ensaio 13	1	2
Ensaio 14	1	2
Mistura seca	2	4

Apêndice 5 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó de efeito metalizado com plaquetas de Alumínios de 10 µm

Tabela A5 1. Resultados para o teste Martindale.

	Retenção de brilho %
Ensaio 15	53
Ensaio 16	54
Ensaio 17	47
Ensaio 18	61
Ensaio 19	59
Mistura seca	47
Base do revestimento	36

Foi posteriormente verificado que, os discos abrasivos utilizados na realização do teste ultrapassaram o seu ciclo de vida. Desta forma os resultados apresentados na Tabela A3 não foram considerados válidos. Não foi possível repetir o ensaio, por falta de material necessário ao ensaio. Na eventualidade da continuação do estudo, será necessário repetir o teste Martindale.

Apêndice 6 - Caracterização dos revestimentos de tinta em pó com partículas de grafeno

Tabela A6 1. Resultados do teste Martindale.

	Retenção de brilho %
Ensaio sinterização	74
Mistura seca	66
Base do revestimento	60

Foi posteriormente verificado que, os discos abrasivos utilizados na realização do teste ultrapassaram o seu ciclo de vida. Desta forma os resultados apresentados na Tabela A3 não foram considerados válidos. Não foi possível repetir o ensaio, por falta de material necessário ao ensaio. Na eventualidade da continuação do estudo, é recomendado repetir o teste Martindale.

Tabela A6 2. Resultados do teste de resistência à agulha.

	Carga da agulha (kg)
Ensaio sinterização	2,6
Mistura seca	2,8
Base do revestimento	2,3

A carga apresentada na Tabela A6 2 representa a carga que provoca uma perfuração onde é visível a superfície do substrato metálico.

Apêndice 7 - Análise de microscopia eletrônica realizada no CEMUP

Figura A7 1. Pigmentos de alumínio com dimensão média de 34 μm .

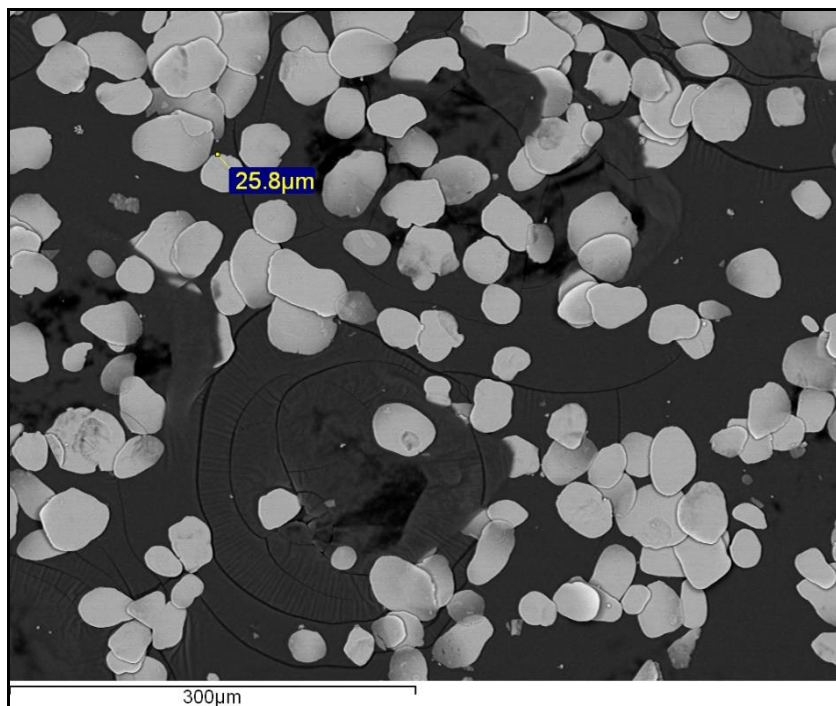


Figura A7 2. Pigmentos de alumínio com dimensão média de 34 μm .

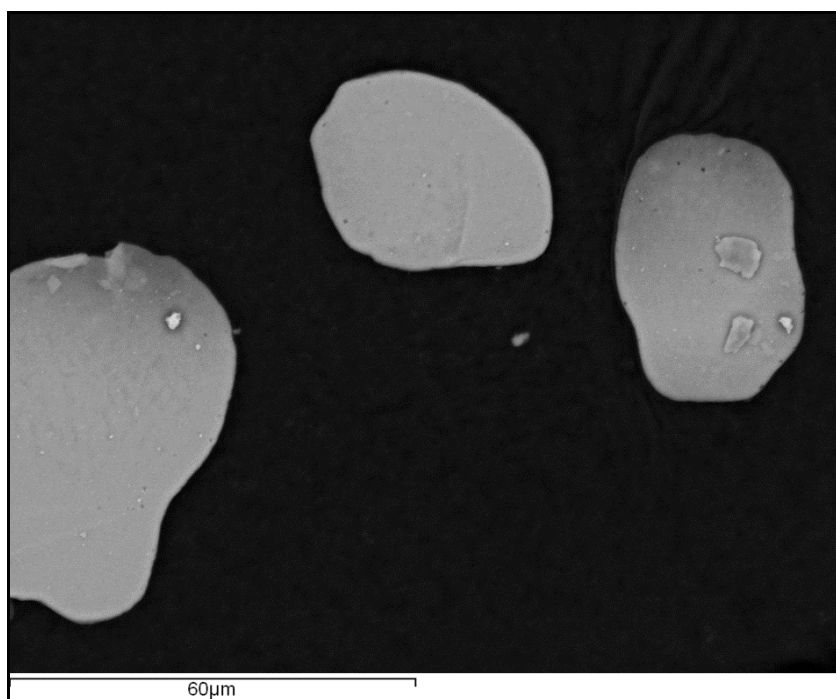


Figura A7 3. Pré-revestimento dos pigmentos de alumínio com dimensão média de 34 μm .

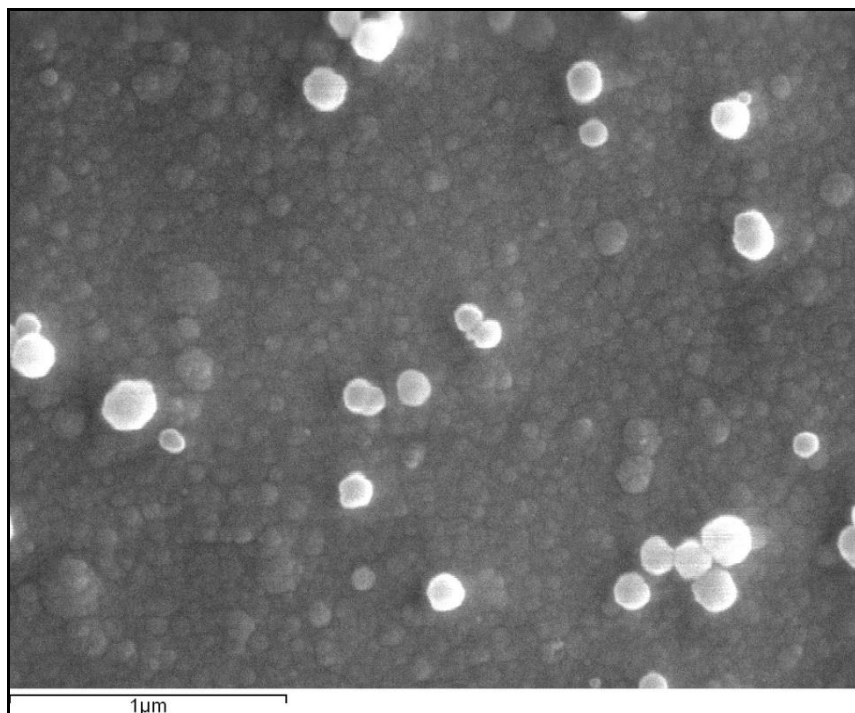


Figura A7 4. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm para ensaio de sinterização nas condições padrão.

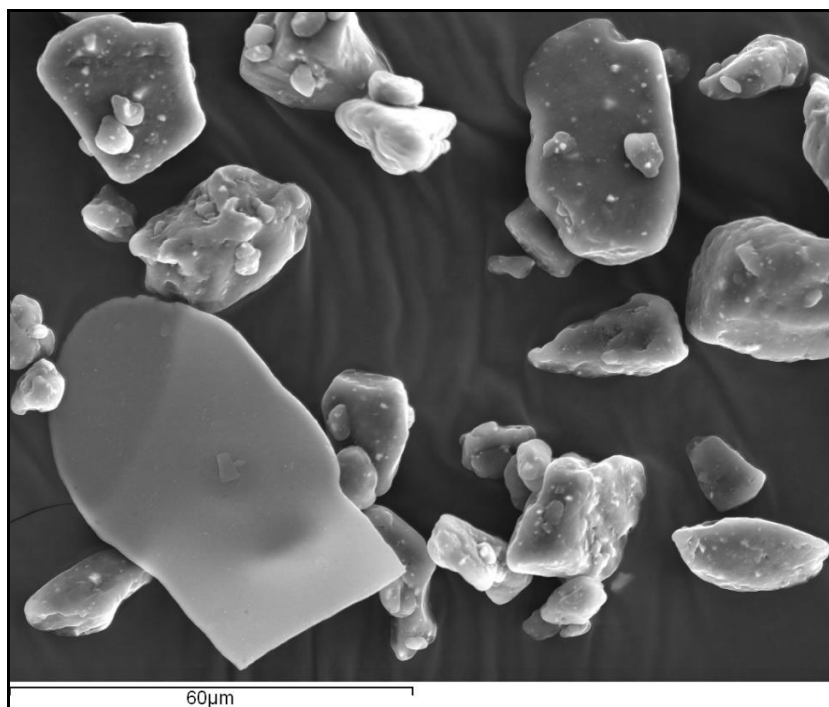


Figura A7 5. Revestimento de tinta em pó com alumínios 34 μm para ensaio de sinterização condições padrão.

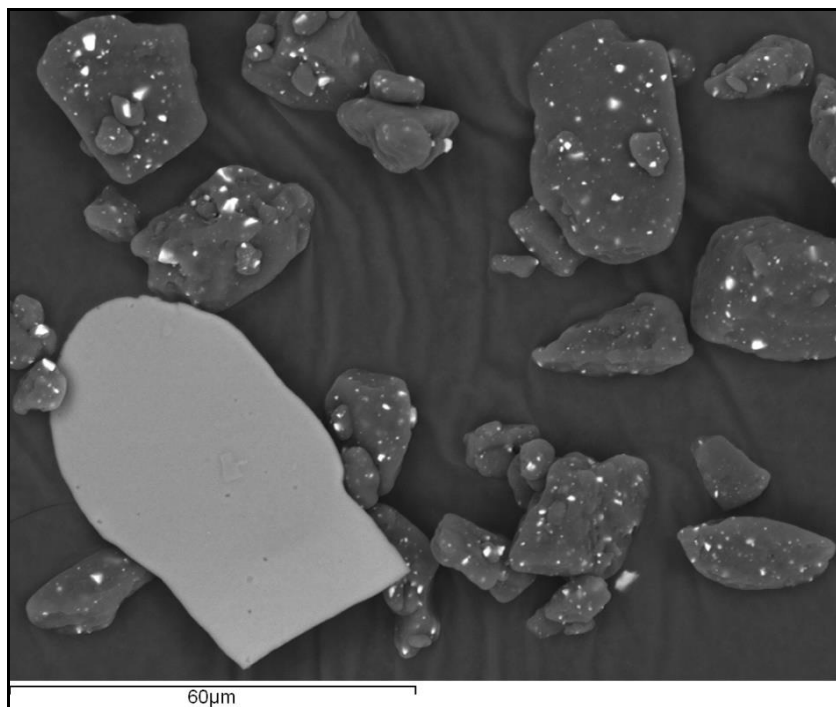


Figura A7 6 - Revestimento de tinta em pó com alumínios 34 μm para ensaio de sinterização com subida de temperatura.

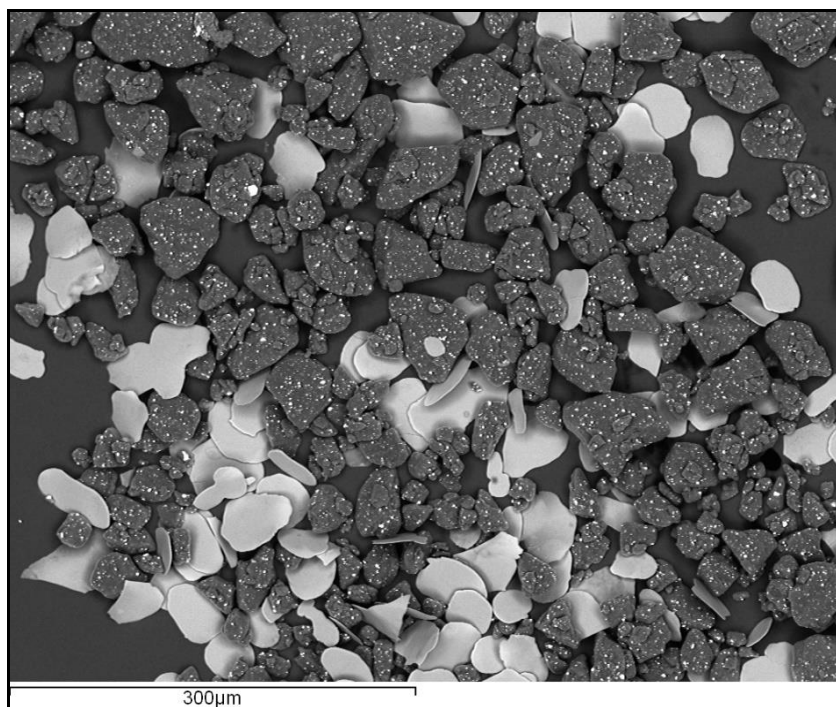


Figura A7 7. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm para ensaio de sinterização com subida de temperatura.

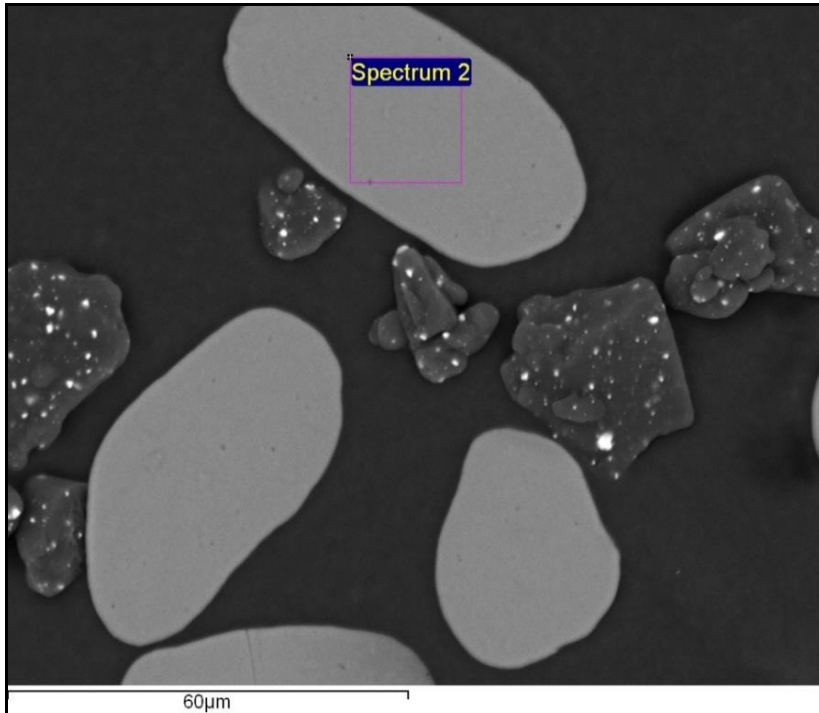


Figura A7 8. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm para ensaio de sinterização com redução de velocidade.

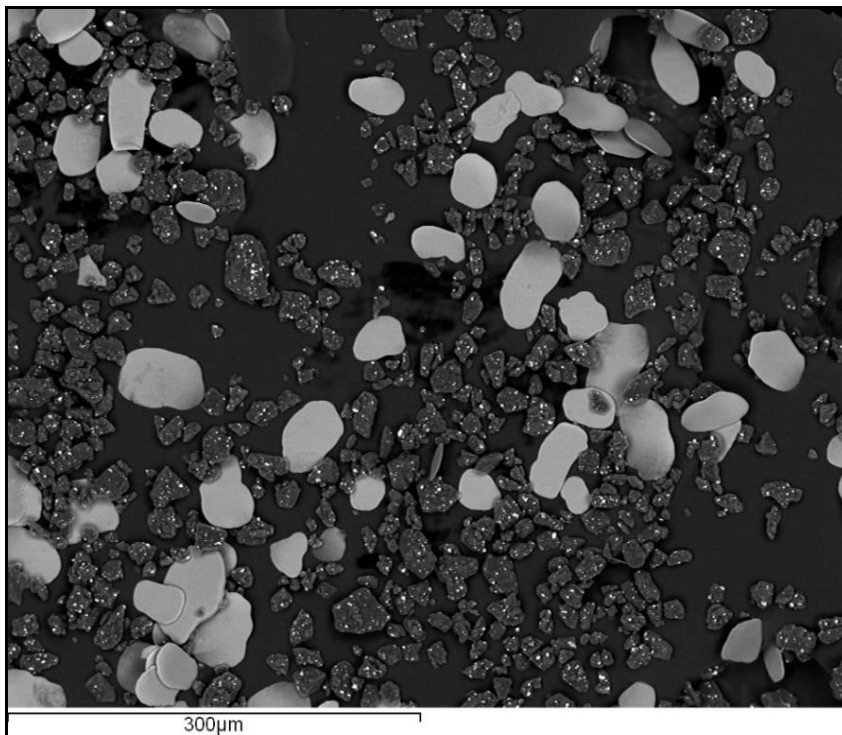


Figura A7 9. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm para ensaio de sinterização com redução de velocidade.

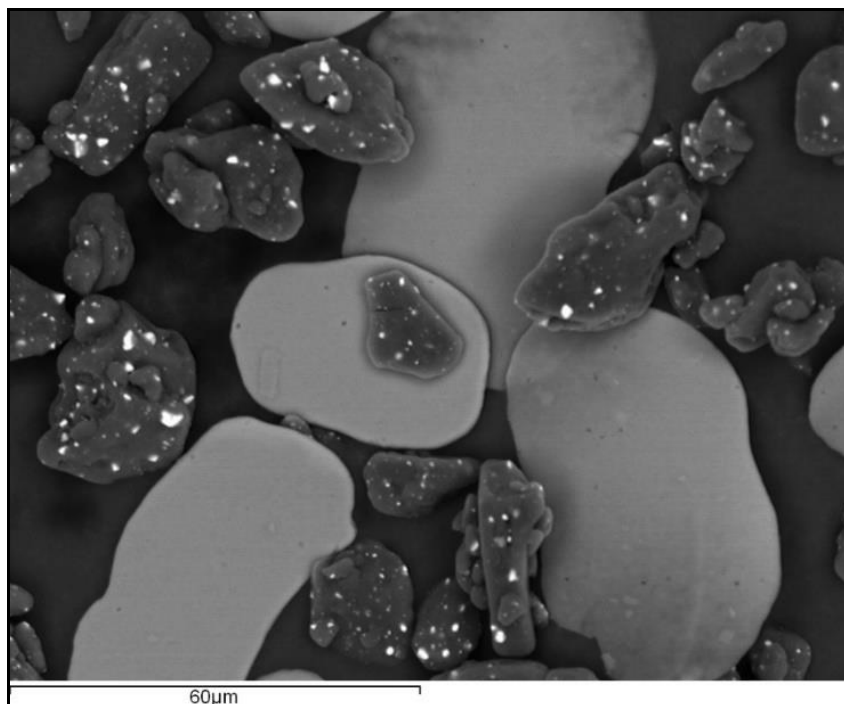


Figura A7 10. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 34 μm para ensaio de mistura seca.

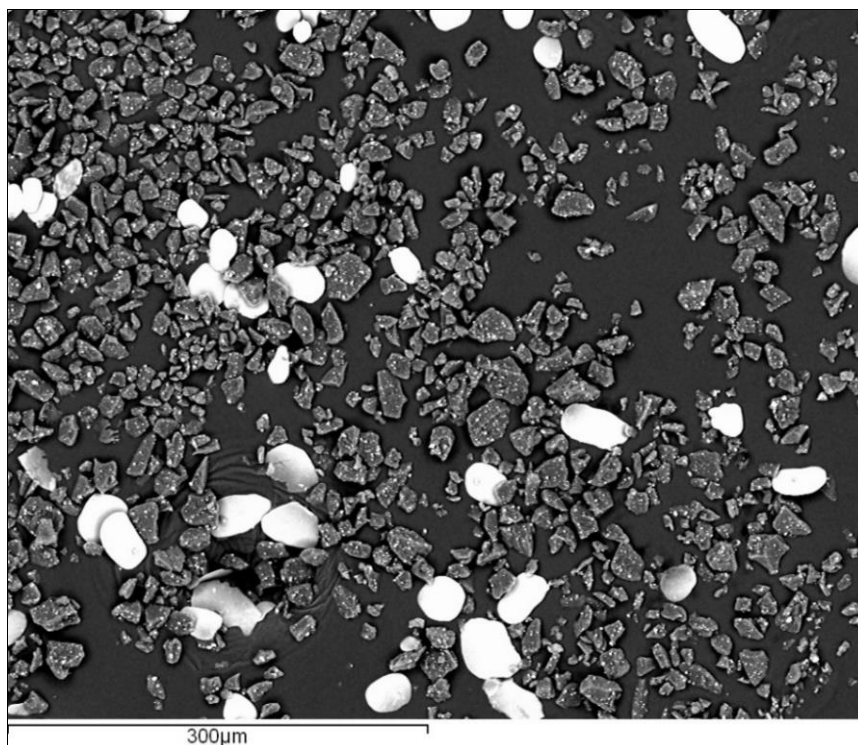
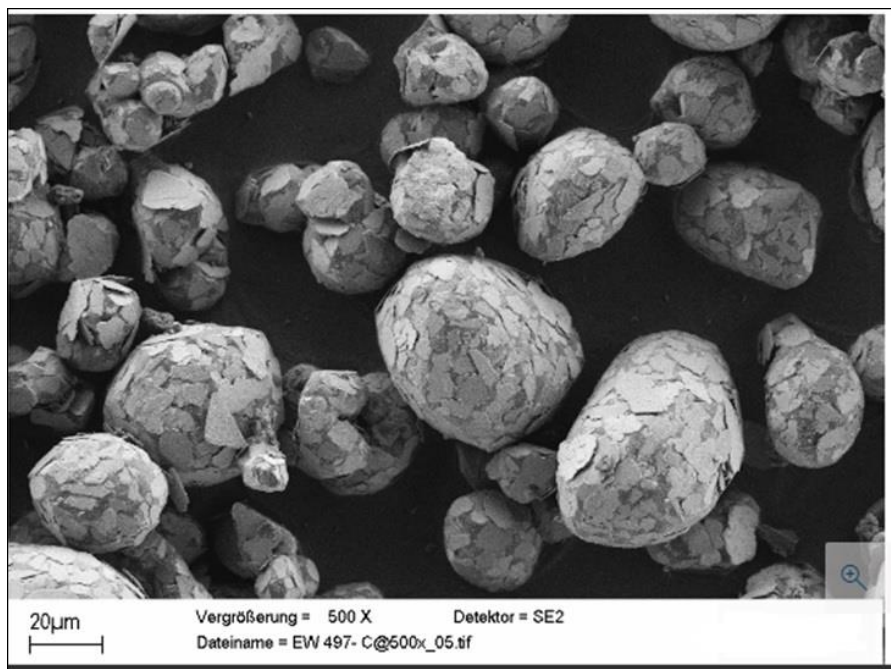


Figura A7 11. Imagem exemplo de um produto metalizado com alumínios produzido pelo método de sinterização, por outra empresa.



Todas as figuras apresentadas neste apêndice, excetuando a Figura A7 11, foram obtidas pelo equipamento de SEM utilizado no CEMUP.

Apêndice 8 - Espectros da análise elementar realizada para ensaios de sinterização com pigmentos de alumínio 34 µm

Figura A8 1. Análise elementar de um pigmento de alumínio para uma alta voltagem (15,00 kV).

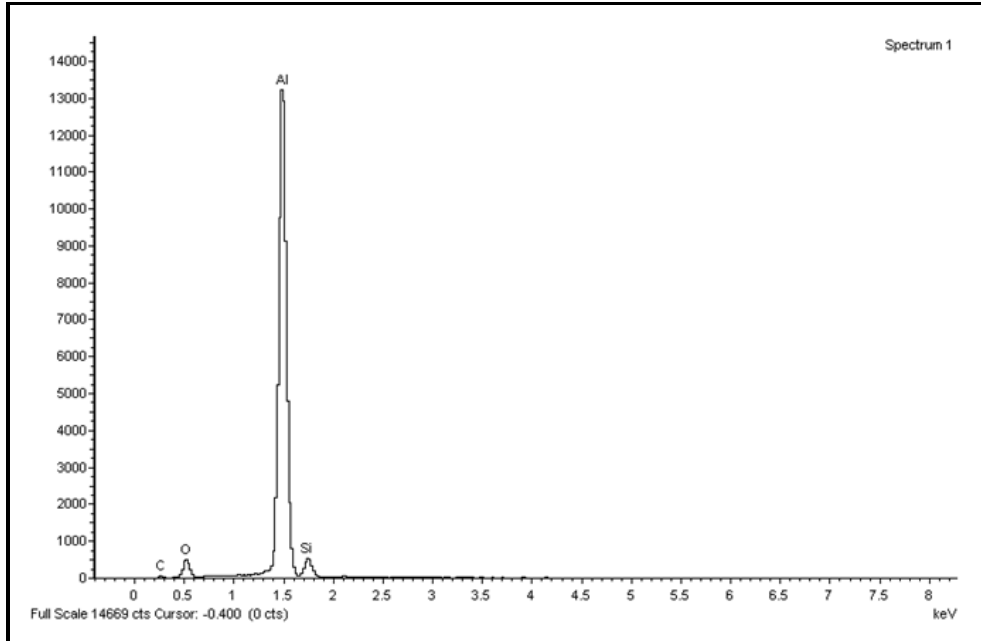


Figura A8 2. Análise elementar à superfície de um pigmento de alumínio para uma baixa voltagem (5,00 kV).

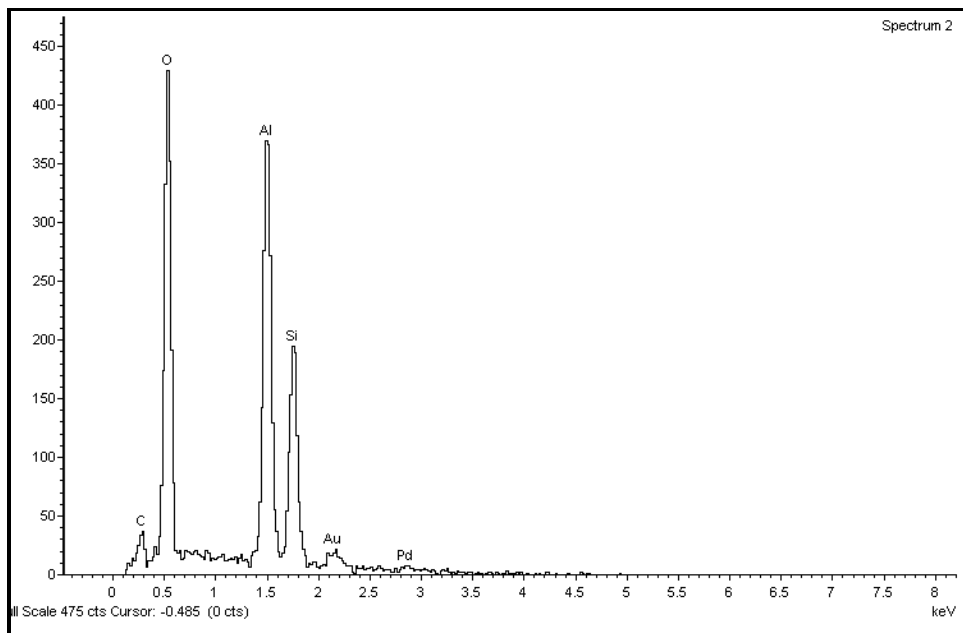


Figura A8 3. Análise elementar a uma partícula da base do revestimento de tinta em pó para alta voltagem (15,00 kV).

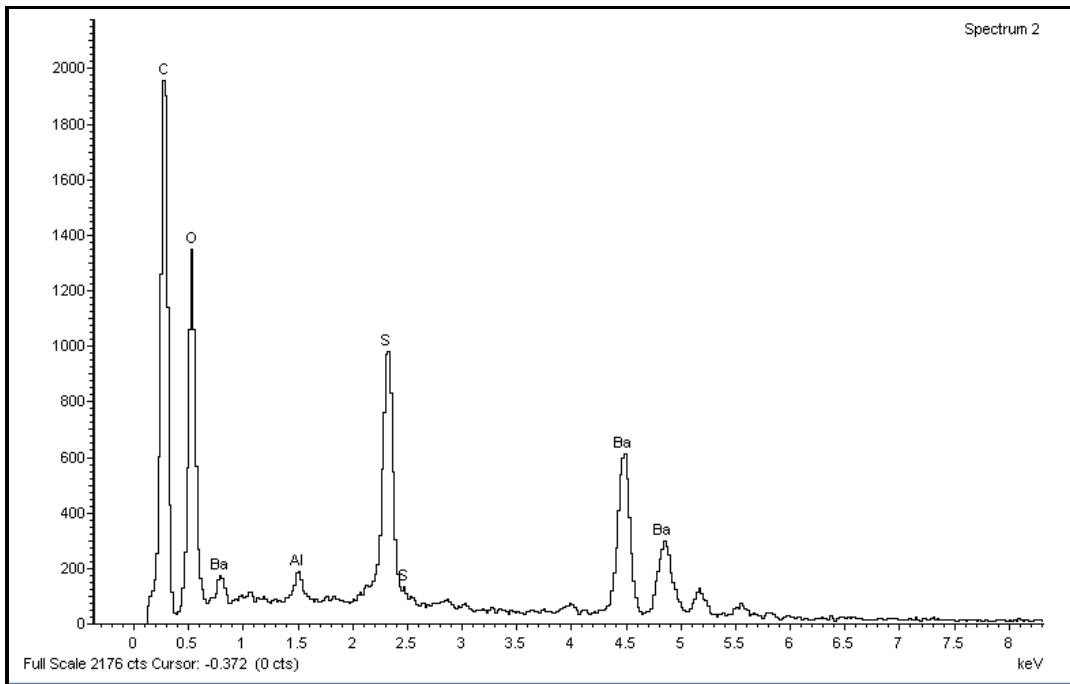
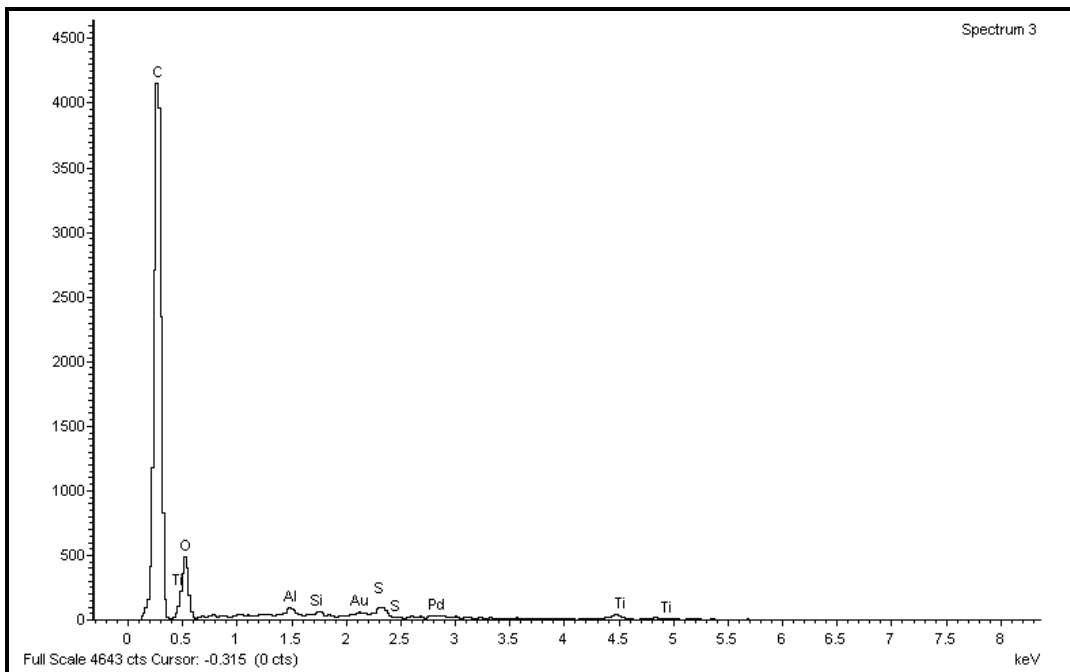


Figura A8 4. Análise elementar a uma partícula da base do revestimento de tinta em pó para alta voltagem (15,00 kV).



Os elementos Au e Pd correspondem ao pré-revestimento condutor aplicado nas amostras de pó para a análise microscópica.

Apêndice 9 - Imagens retiradas pelo microscópio eletrônico Phenom XL

Figura A9 1. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 µm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização segundo condições padrão.

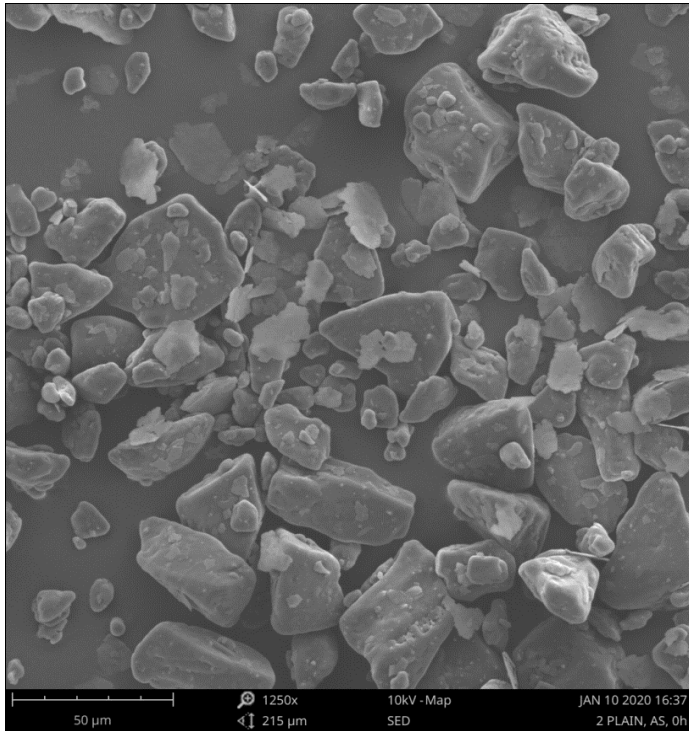


Figura A9 2. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 µm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização segundo condições padrão.

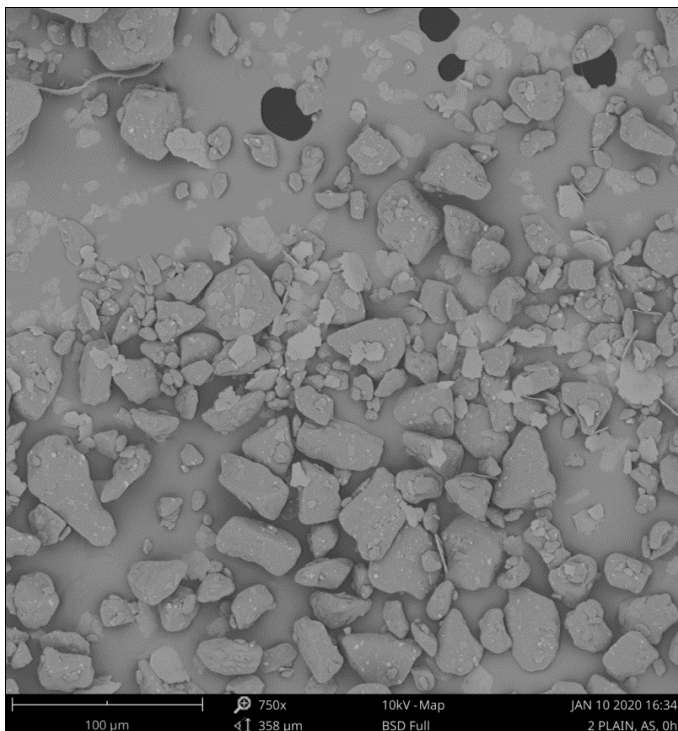


Figura A9 3. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 µm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização com subida da temperatura.

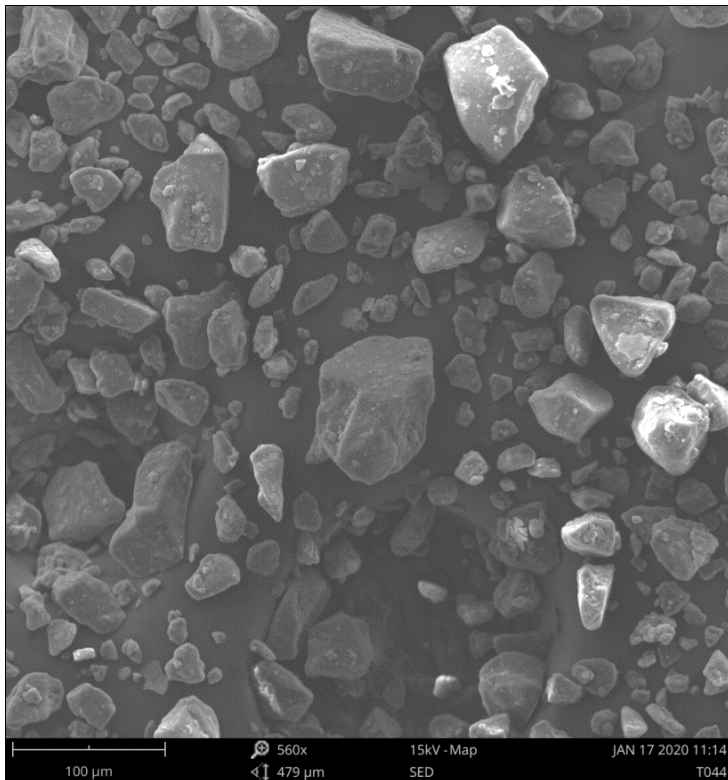


Figura A9 4. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 µm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização com redução da velocidade.

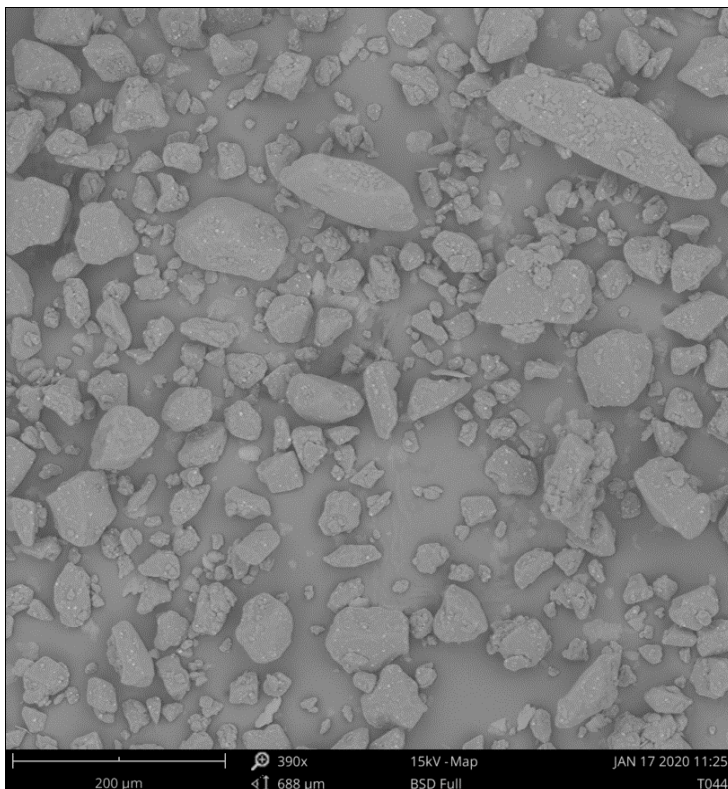


Figura A9 5. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 μm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização com aumento da duração do ciclo de sinterização (250 s).

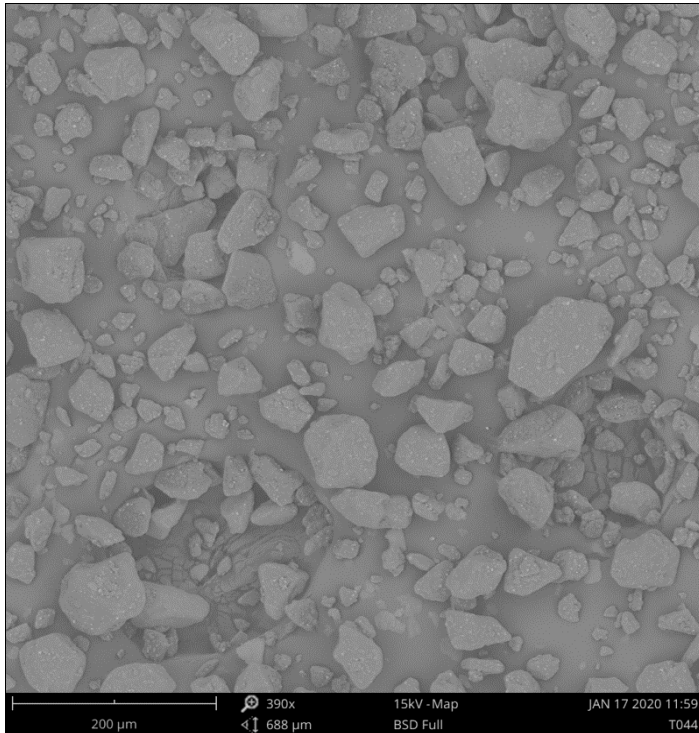


Figura A9 6. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 μm produzido laboratorialmente pelo método de sinterização com aumento da duração do ciclo de sinterização (250 s).

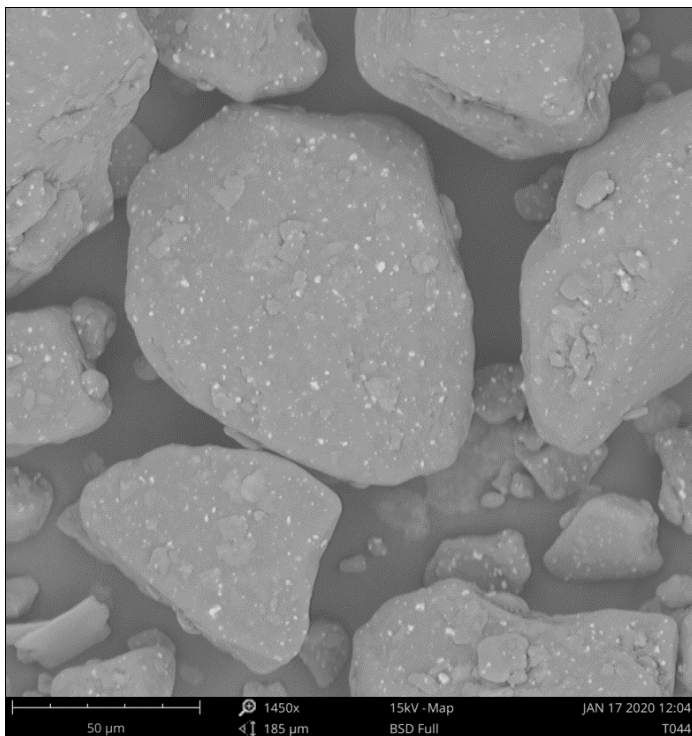


Figura A9 7. Partículas de alumínios com dimensões de 10 µm.

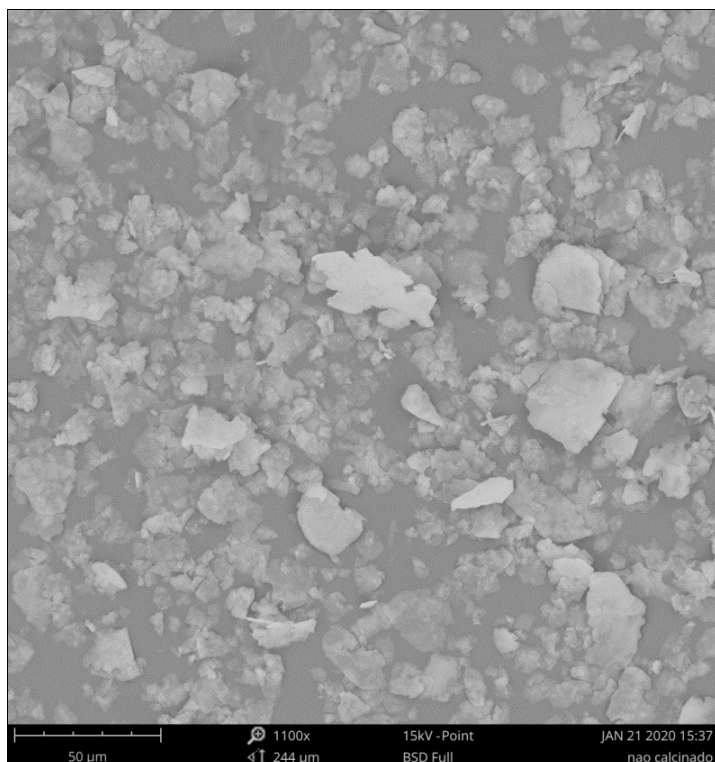
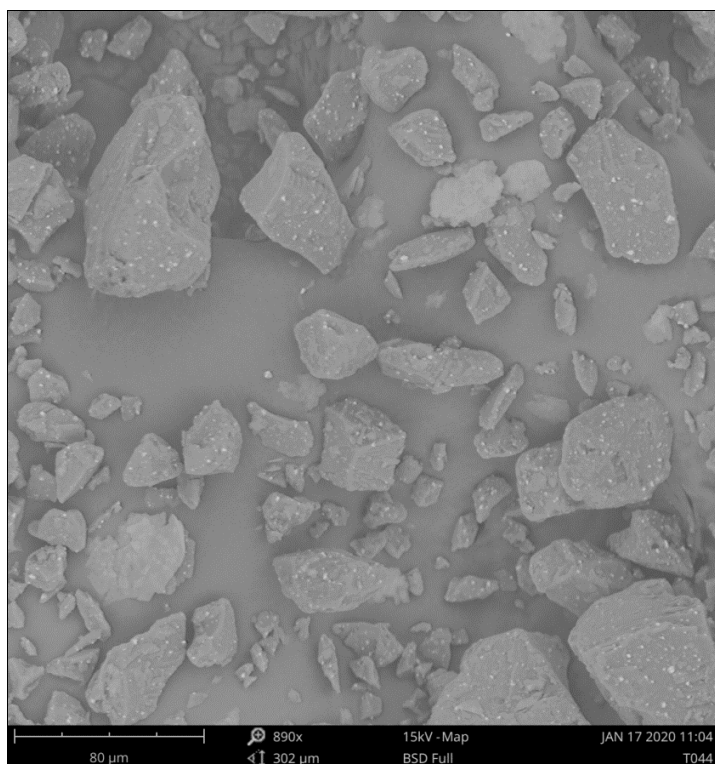


Figura A9 8. Revestimento de tinta em pó com alumínios de 10 µm produzido laboratorialmente pelo método de mistura seca.



Apêndice 10 - Análise elementar realizada para ensaios de sinterização com pigmentos de alumínio 10 µm

Figura A10 1. Imagem retirada pelo microscópio para realização da análise elementar.

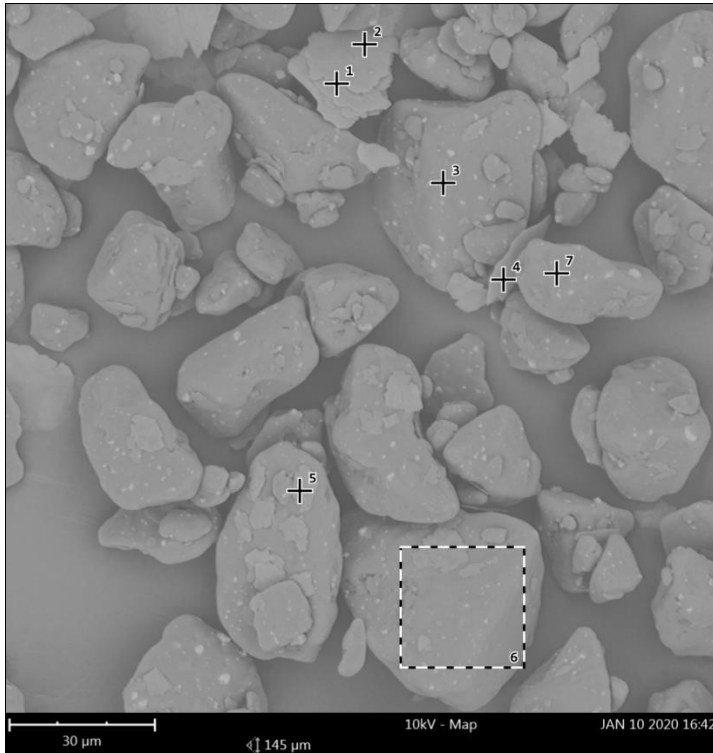
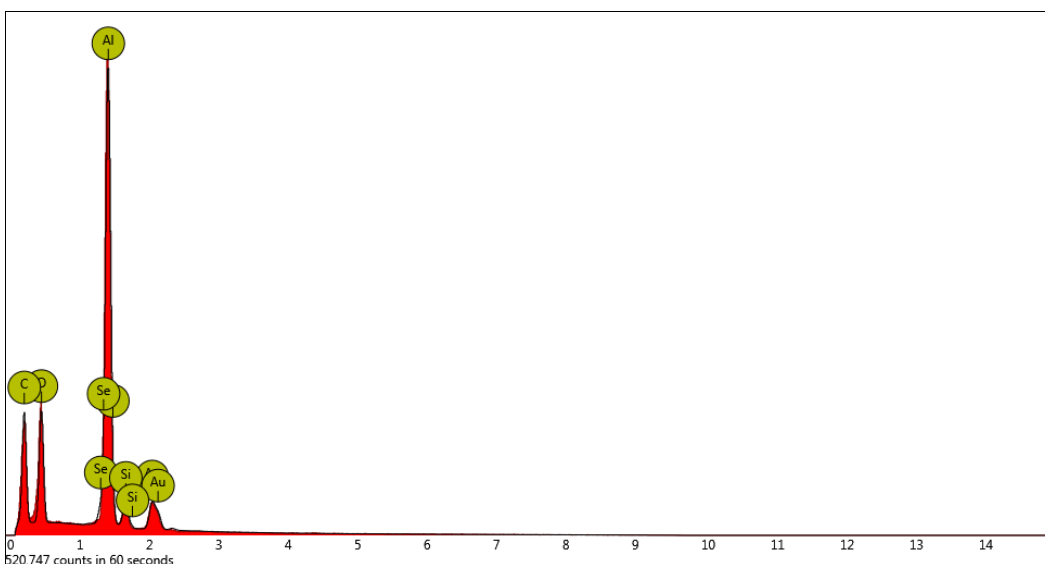


Figura A10 2. Espectro obtido para o ponto 5 da Figura A10 1.



Em análise ao espectro obtido (Figura A10 2) comprovou-se a presença de partículas de alumínio na superfície das partículas poliméricas.

Apêndice 11 - Imagens retiradas pelo microscópio eletrônico Phenom XL para os revestimentos de tinta em pó com micas

Figura A11 1. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para as condições padrão.

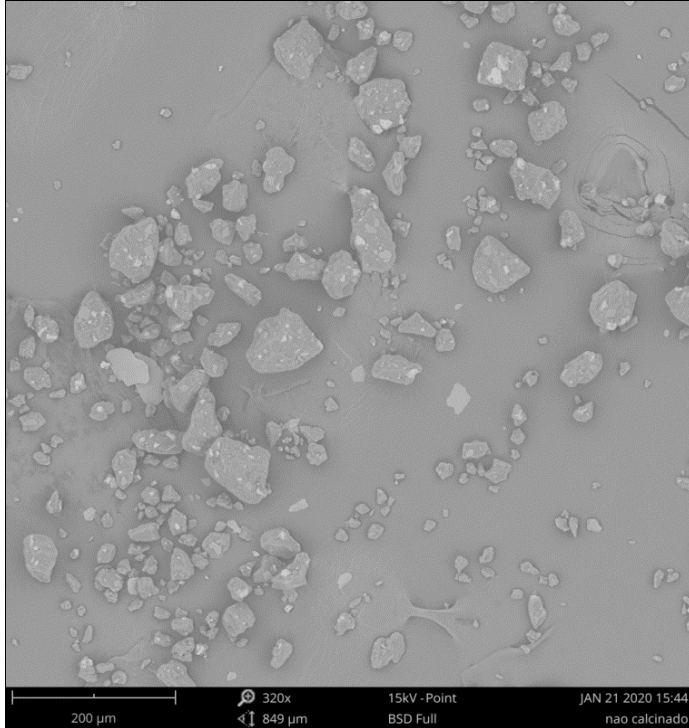


Figura A11 2. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para as condições padrão.

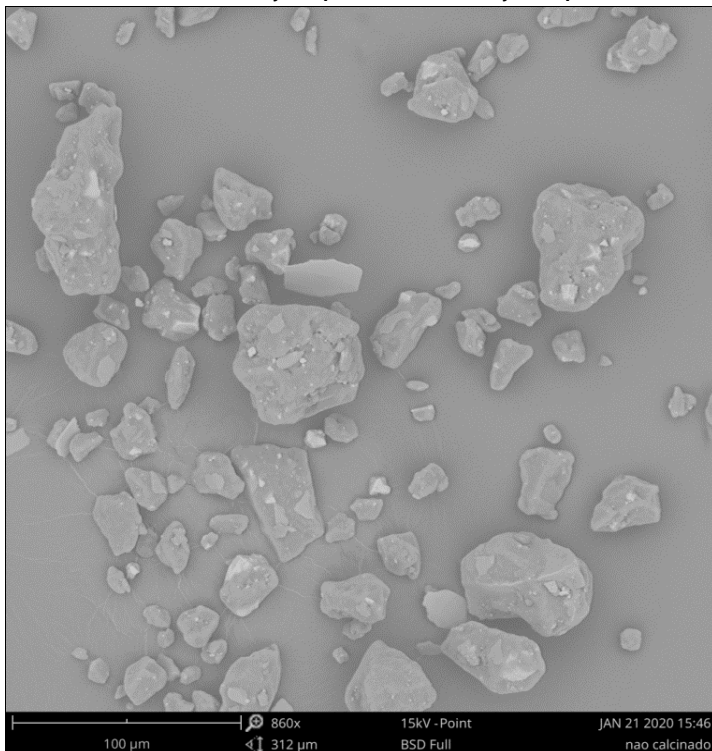


Figura A11 3. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para subida de temperatura.

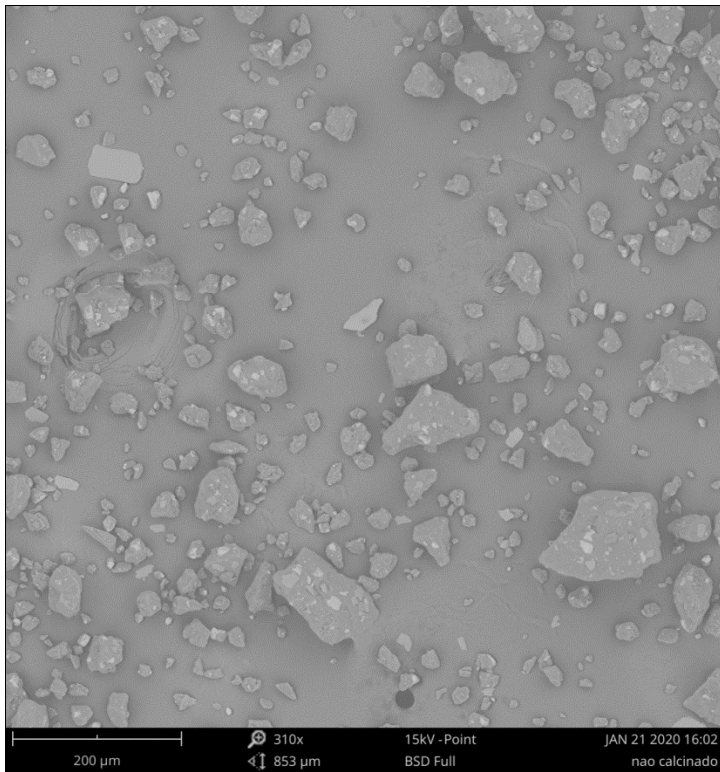


Figura A11 4. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para subida de temperatura.

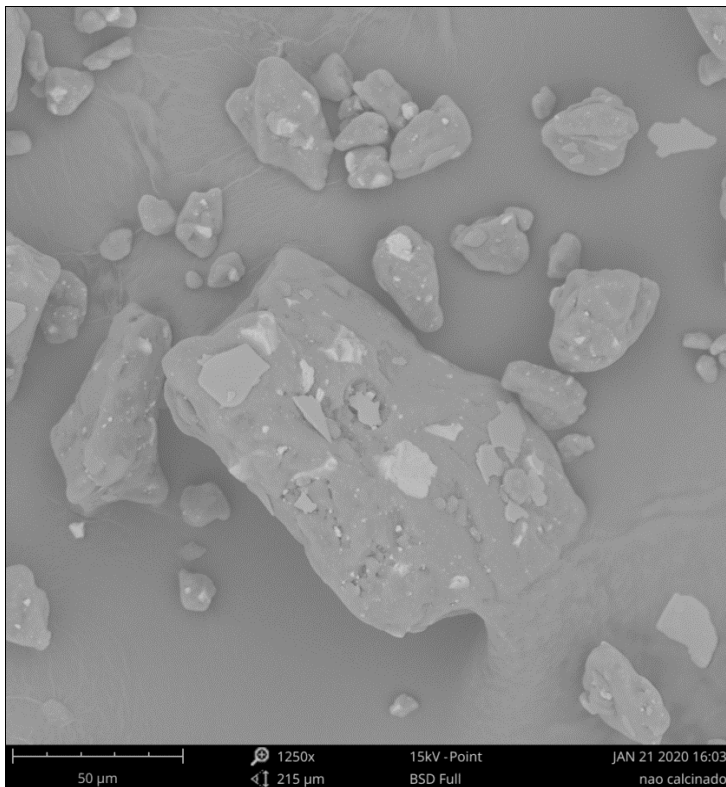


Figura A11 5. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para aumento da duração do ciclo de sinterização.

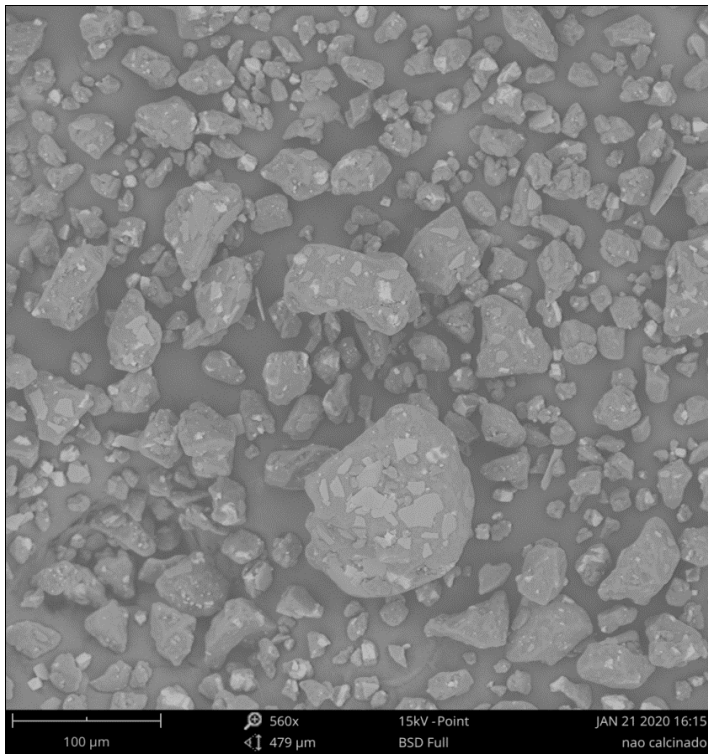
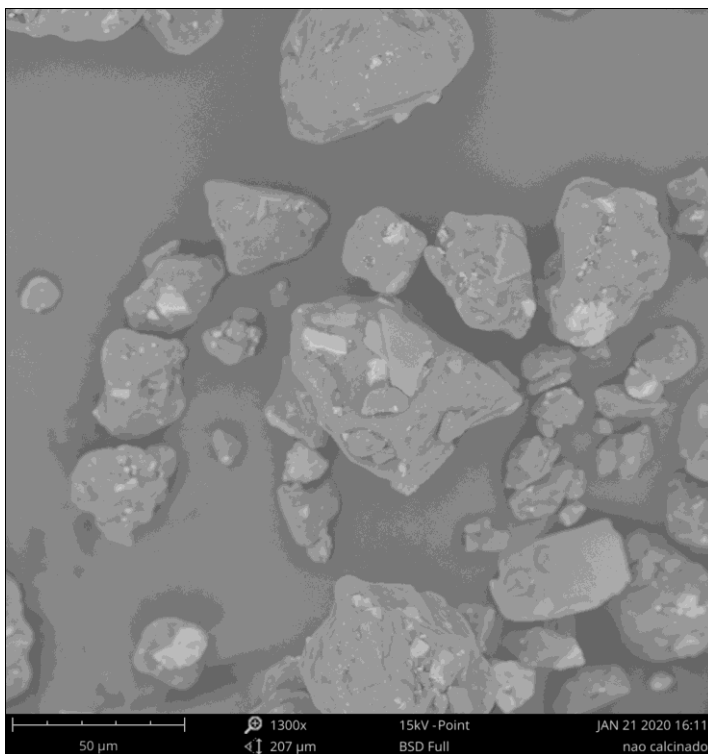


Figura A11 6. Revestimento de tinta em pó com micas produzido laboratorialmente pelo método de sinterização para aumento da duração do ciclo de sinterização.



Apêndice 12 - Análise do tamanho de partículas da base do revestimento de tinta em pó

Figura A12 1. Resultados para a base do revestimento de tinta em pó sem tratamento.

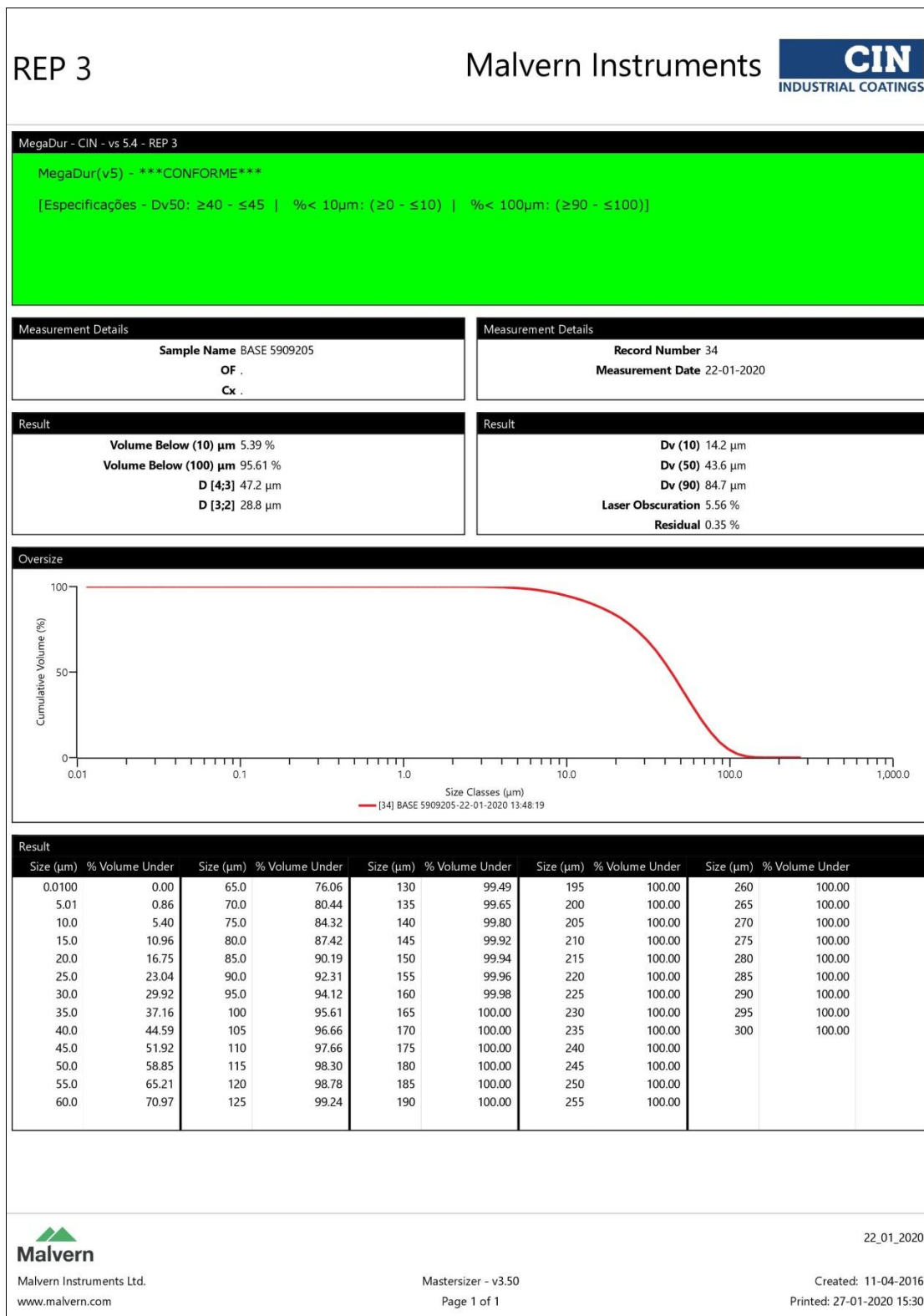


Figura A12 2. Resultados para a base do revestimento de tinta em pó submetida a ensaio de sinterização.

